



Analyse multi-échelle du comportement hygro-mécanique des fibres de lin

Agnès Roudier

► To cite this version:

Agnès Roudier. Analyse multi-échelle du comportement hygro-mécanique des fibres de lin. Autre. Université Blaise Pascal - Clermont-Ferrand II, 2012. Français. NNT : 2012CLF22237 . tel-00741951

HAL Id: tel-00741951

<https://theses.hal.science/tel-00741951>

Submitted on 15 Oct 2012

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

N° d'ordre : D.U. : 2237

EDSPIC : 560

Université BLAISE PASCAL - Clermont II
École Doctorale
Sciences pour l'Ingénieur de Clermont-Ferrand

T H È S E

Présentée par

Agnès ROUDIER

Pour obtenir le grade de

Docteur d'Université

Spécialité : Génie Mécanique

**Analyse multi-échelle du comportement
hygro-mécanique des fibres de lin**

Soutenue publiquement le 4 Avril 2012 devant le jury :

M. C. PETIT	Professeur Univ., Dept. G. Civil, UNILIM	Président
M. S. AIVAZZADEH	Maître de Conf., ISAT	Rapporteur
M. M. GOMINA	Chargé de rech., CRISMAT, ENSICAEN	Rapporteur
Mme. K. CHARLET	Maître de Conf., Inst. Pascal, IFMA	Examinatrice
Mme. E. TOUSSAINT	Maître de Conf., Inst. Pascal, UBP	Co-encadrante
M. A. BEAKOU	Professeur Univ., Inst. Pascal, IFMA	Directeur

Table des matières

Résumé	5
Abstract	7
Introduction	9
1 Etude bibliographique	13
1.1 Généralités	14
1.1.1 Le contexte économique	14
1.1.2 Les fibres	16
1.1.3 Les polymères dans les composites	19
1.1.4 Recyclage des composites	21
1.2 Caractérisation de la fibre végétale	22
1.2.1 Morphologie de la fibre végétale, des couches et des constituants des parois	22
1.3 Influence de l'humidité sur les propriétés mécaniques	34
1.3.1 Durabilité et vieillissement	34
1.3.2 Absorption d'eau au niveau des fibres et de l'interface fibre-matrice	36
1.3.3 Absorption d'eau au niveau des constituants de la fibre	38
1.4 Les modèles multi-échelles	43
1.4.1 Approche analytique	43
1.4.2 Approche numérique	53
1.4.3 Le choix des modèles	59
2 Caractérisation biochimique, hygroscopique et mécanique des fibres végétales et du composite	61
2.1 Présentation des matériaux utilisés	62
2.1.1 Présentation de la fibre de lin	62
2.1.2 Polyester insaturé	67

2.1.3	Protocole de fabrication d'une plaque composite	68
2.2	Détermination du taux des constituants du lin	70
2.2.1	Protocole	70
2.2.2	Résultats des expériences	71
2.3	Caractérisation des propriétés hygroscopiques du lin et du composite . . .	71
2.3.1	Présentation du protocole d'expérience pour les fibres de lin et le composite	71
2.3.2	Modélisation de la diffusion	73
2.3.3	Résultats obtenus sur la fibre de lin	79
2.3.4	Résultats obtenus sur le composite	85
2.4	Essais de traction à différentes humidités relatives	89
2.4.1	Protocole d'essai de traction	89
2.4.2	Résultats obtenus sur la fibre élémentaire	91
3	Modèle multi-échelle et simulation numérique	95
3.1	Modélisation multi-échelle	96
3.1.1	Présentation des différentes étapes du modèle analytique	96
3.1.2	Modèle numérique - Passage de l'échelle mésoscopique à l'échelle macroscopique	115
3.2	Identification des paramètres d'entrée pour le modèle multi-échelle	125
3.2.1	Paramètres du modèle analytique	125
3.2.2	Paramètres pour le modèle numérique	129
3.3	Résultats des modélisations	131
3.3.1	Propriétés hygro-mécaniques des sous-couches pour différentes humidités relatives obtenues par le modèle analytique	131
3.3.2	Propriétés hygro-mécaniques à l'échelle macroscopique pour différentes humidités relatives	132
	Conclusion et perspectives	169
A	Détails de la méthode Van Soest & Wine	185
B	Modèle analytique - Passage de l'échelle mésoscopique à l'échelle macroscopique	189

Résumé

Les fibres végétales utilisées comme renfort dans les matériaux composites présentent des propriétés mécaniques spécifiques concurrentielles par rapport à celles des fibres de verre. De plus, elles ont l'avantage d'être renouvelables et recyclables. Toutefois, leur principal inconvénient est leur sensibilité à l'humidité, ce qui a pour conséquence d'induire une baisse des propriétés mécaniques ainsi d'une décohésion de l'interface fibre/matrice. L'objectif principal de cette thèse est d'étudier l'influence de l'humidité sur le comportement hygro-mécanique de fibres de lin. La première partie de mes travaux a été consacrée à la caractérisation des propriétés hygroscopiques et mécaniques de la fibre et du composite. Dans la deuxième partie, deux modèles multi-échelles, l'un analytique et l'autre numérique, ont été développés pour l'estimation des propriétés hygro-mécaniques des fibres élémentaires de lin. Ils utilisent en partie pour données d'entrée, les propriétés identifiées dans la première partie.

Mots clefs : Fibre végétale, hygroscopie, loi de Fick, modélisation multi-échelle

Abstract

Natural fibres used as reinforcement in composite materials present specific mechanical properties, which are comparable to glass fibres. In addition, they have the advantage of being renewable and recyclable. But, their main drawback is their inherent susceptibility to moisture expansion, which has the effect of inducing a decrease in mechanical properties, and of debonding and fracturing interface in the composite. The main aim of this thesis is to study the influence of humidity on hygro-mechanical behavior of flax fibres. The first part of my work was deal with the characterization of mechanical and hygroscopic properties of the fibre and the composite. The second part is dedicated to the development of two multiscale models, one analytical and one numerical. They have been developed for the estimation of hygro-mechanical properties of elementary flax fibres. Properties identified in the first part of the work are used as input data.

Keywords: Natural fibres, hygroscopy, Fick's law, multi-scale modelling

Introduction

D'un point de vue historique, l'utilisation des végétaux a toujours existé, comme par exemple dans la construction ou bien dans le textile. Cet intérêt pour les matériaux agro-sourcés a doublé d'intensité ces dernières décennies dans l'industrie du composite grâce au protocole de Kyoto, qui a instauré les notions de développement durable et de protection de l'environnement. C'est pour cela que les fibres végétales ont commencé à faire leur apparition en remplacement des fibres de verre afin de fabriquer des matériaux composites plus respectueux de l'environnement.

Le marché des fibres végétales est en pleine expansion au niveau mondial. Ainsi chaque année, le volume récolté de ces matériaux verts augmente. Dans certains pays, cette production est un héritage comme en Inde, où des fibres naturelles sont produites pour, par exemple, la fabrication de conduites. La France est le premier producteur européen de lin, car les conditions climatiques sont propices à la culture de cette plante. Les premières applications concernent bien évidemment le textile, mais l'industrie automobile occupe une place non négligeable depuis les années 90.

Les fibres végétales se démarquent des fibres de verre par leurs propriétés mécaniques spécifiques élevées grâce à une faible densité, qui induira lors d'applications structurales un gain de masse se traduisant par une économie d'énergie. De plus, les fibres végétales ont aussi l'avantage d'être bio-sourcées et certaines sont disponibles annuellement. Cependant, leur principal et non négligeable inconvénient est leur hydrophilie. L'influence de cette hydrophilie se situe essentiellement au niveau de l'interface fibre-matrice, car en fonction des variations de l'humidité ambiante, la fibre peut gonfler ou se rétracter ce qui peut entraîner à plus ou moins long terme une décohésion de l'interface. Afin de pallier ce phénomène, différents traitements ont été mis en place, comme la réticulation ou l'ajout d'un agent couplant.

La morphologie de la fibre de lin a largement été étudiée ces dernières années. La caractérisation de son comportement mécanique est également très important puisqu'elle

permet de mieux appréhender son utilisation en tant que renfort dans un composite. Par ailleurs, le caractère hydrophile influe sur ses propriétés mécaniques ainsi que sur celles des composites utilisant ces fibres végétales comme renfort. Diverses études purement expérimentales ont permis de déterminer que l'hydrophilie de la fibre de lin agit essentiellement sur l'interface fibre/matrice, induisant alors une baisse des propriétés mécaniques du composite.

Lorsqu'on étudie les fibres végétales, différents paramètres, comme leur composition chimique ainsi que l'humidité ambiante, doivent être pris en compte pour estimer leurs propriétés mécaniques. Certains de ces paramètres sont différents d'une fibre à une autre, au sein d'une même espèce de fibre et même dans un même faisceau de fibres. C'est à cause de cette variabilité des données que la modélisation est intéressante. Différents modèles existent dans la littérature, les plus utilisés pour les fibres végétales étant les modèles multi-échelles. Ce type de modélisation permet d'obtenir les propriétés hygro-mécaniques homogénéisées d'une fibre végétale à partir des propriétés hygro-mécaniques de ses constituants. La plupart des modèles existants se base sur une géométrie idéalisée de la cellule végétale, en général cylindrique ou bien hexagonale. Les premiers modèles simplifiaient également le comportement anisotrope des fibres en le considérant isotrope. Par la suite, l'anisotropie des fibres a été prise en compte et les modèles les plus récents intègrent également la dépendance des propriétés mécaniques des fibres végétales à l'humidité. L'estimation expérimentale de certaines caractéristiques hygro-mécaniques des fibres végétales et du composite permet d'alimenter les modèles.

Comme l'utilisation des fibres végétales est de plus en plus importante dans l'industrie du composite, notamment pour des applications structurales, il est nécessaire de mieux connaître le comportement de la fibre de lin que ce soit d'un point de vue mécanique ou d'un point de vue hygroscopique. De part la taille réduite des fibres, la caractérisation expérimentale n'est pas toujours possible. La modélisation permet alors de combler le manque de résultats expérimentaux pour caractériser les fibres de lin. Ainsi, l'objectif de ce travail est d'estimer les propriétés hygro-mécaniques des fibres de lin en fonction de l'humidité relative ambiante. Afin de répondre à cet objectif, une modélisation multi-échelle de la fibre de lin a été mise en œuvre. Cette modélisation est basée sur la connaissance des propriétés hygro-mécaniques des constituants de la cellule végétale ainsi que sur celle de la morphologie de la fibre de lin et de sa composition biochimique.

Le présent travail se décompose en trois parties. Tout d'abord, le premier chapitre présente les grandes classes des fibres végétales, ainsi que les enjeux économiques et envi-

ronnementaux liés à leur utilisation dans l'industrie du composite. A partir d'une étude bibliographique, ce chapitre présente également la morphologie de la fibre végétale à différents niveaux d'échelle. Les principales propriétés mécaniques et hygroscopiques ainsi que les mécanismes d'absorption d'eau au sein de la fibre végétale sont également étudiés. Le chapitre se termine par une description des principales modélisations multi-échelles utilisées dans la littérature. Les approches analytiques et numériques sont présentées puis le choix du modèle retenu est argumenté.

Le deuxième chapitre est consacré à la caractérisation des fibres de lin. Ce travail est pluridisciplinaire. Dans un premier temps, la composition chimique de la fibre de lin est déterminée. Un protocole expérimental a été mis en place afin d'estimer le coefficient de diffusion du lin ainsi que celui du composite renforcé de fibres de lin. Pour finir, des essais de traction sur des fibres unitaires de lin permettent d'évaluer l'influence de l'humidité ambiante sur ses propriétés mécaniques.

Le troisième et dernier chapitre présente tout d'abord en détail les modèles multi-échelles développés durant cette thèse. Ces modèles ont pour objectif d'estimer le comportement hygro-mécanique de la fibre de lin. Deux types de modèles multi-échelles sont utilisés : un modèle analytique et un modèle numérique. Le modèle analytique permet de faire deux changements d'échelle, à savoir le passage des constituants de la fibre aux sous-couches, et celui des sous-couches à la fibre. Le modèle numérique permet d'obtenir les caractéristiques macroscopiques dites homogénéisées de la fibre de lin. Différentes données concernant la fibre de lin et ses constituants sont issues de la littérature. D'autres sont issues des résultats expérimentaux présentés au deuxième chapitre. La modélisation multi-échelle mise en place est d'abord validée avec l'étude d'une fibre à une seule couche puis, elle est étendue à la fibre en s'appuyant sur une géométrie idéalisée de trois cylindres concentriques.

Le manuscrit se termine par une conclusion, qui rappelle l'objectif de cette thèse, ainsi que les principaux résultats expérimentaux et ceux issus de la modélisation. Enfin, quelques perspectives sont proposées et permettent d'envisager des développements futurs à partir de travail.

Chapitre 1

Etude bibliographique

Sommaire

1.1 Généralités	14
1.1.1 Le contexte économique	14
1.1.2 Les fibres	16
1.1.3 Les polymères dans les composites	19
1.1.4 Recyclage des composites	21
1.2 Caractérisation de la fibre végétale	22
1.2.1 Morphologie de la fibre végétale, des couches et des constituants des parois	22
1.3 Influence de l'humidité sur les propriétés mécaniques	34
1.3.1 Durabilité et vieillissement	34
1.3.2 Absorption d'eau au niveau des fibres et de l'interface fibre-matrice	36
1.3.3 Absorption d'eau au niveau des constituants de la fibre	38
1.4 Les modèles multi-échelles	43
1.4.1 Approche analytique	43
1.4.2 Approche numérique	53
1.4.3 Le choix des modèles	59

Ce chapitre s'intéressera tout d'abord au contexte économique de l'étude, suivi d'une présentation sur les principales fibres végétales. Ensuite la structure de la fibre sera détaillée suivant différents points de vue à savoir morphologique, biochimique et mécanique. L'absorption ainsi que l'influence de l'humidité ambiante sera abordée au niveau de la fibre, ainsi qu'au niveau de ces bioconstituants. Enfin, différents modèles analytiques et numériques seront détaillés et confrontés entre eux pour le choix final de la modélisation réalisée pendant cette thèse et présentée au dernier chapitre.

1.1 Généralités

1.1.1 Le contexte économique

Suite à la prise de conscience écologique de ces dernières années, l'utilisation des fibres végétales dans l'industrie s'est intensifiée pour remplacer les fibres de verre dans les matériaux composites. Les fibres naturelles ont l'avantage de présenter des propriétés mécaniques spécifiques compétitives face au verre, d'avoir une densité faible ainsi que d'être disponible annuellement. Par ailleurs, elles sont biosourcées et sont une ressource renouvelable. Cependant l'inconvénient majeur de ces fibres naturelles est leur hydrophilie, qui contraste avec l'hydrophobie des polymères utilisés dans les composites. Afin de pallier cette hydrophilie, diverses méthodes peuvent être mises en œuvre, par exemple le recours à un agent de couplage (anhydride maléique réagissant avec la cellulose, isocyanates...), des traitements thermiques (rétification[®]), ou des traitements physico-chimiques.

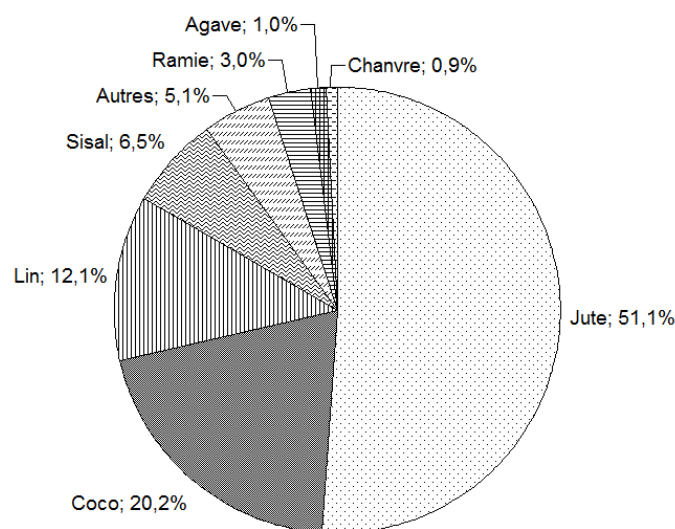


FIG. 1.1 – Proportion des fibres végétales usuelles dans la production mondiale [1]

Le marché des fibres végétales permet de valoriser les ressources des pays notamment ceux en voie de développement. La figure 1.1 présente le pourcentage de chaque type de fibres récoltées sur les 5 millions de tonnes produites par an au niveau mondial en 2007. De son côté, la France se démarque par rapport aux autres pays européens, car elle est le premier producteur européen de lin et de chanvre ces dernières années comme le montrent les figures 1.2 et 1.3. En 2007, la production de lin et de chanvre en France était respectivement de 95000 tonnes et 5500 tonnes [1].

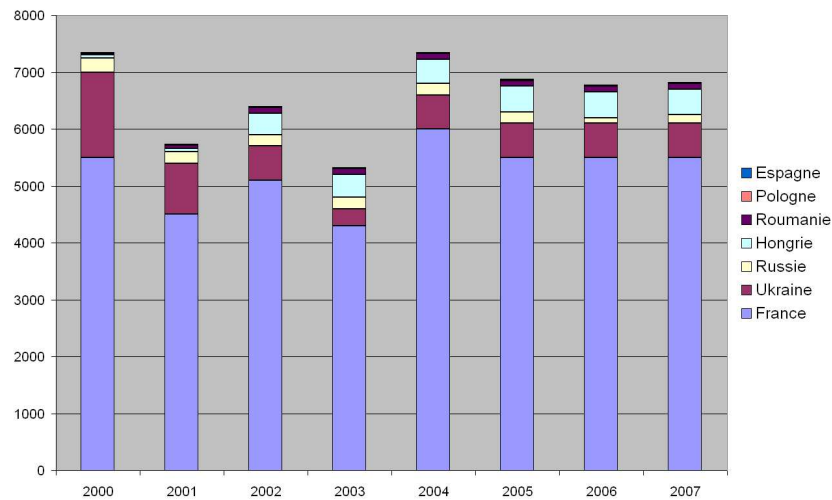


FIG. 1.2 – *Production de chanvre en tonnes en Europe de 2000 à 2007 [1]*

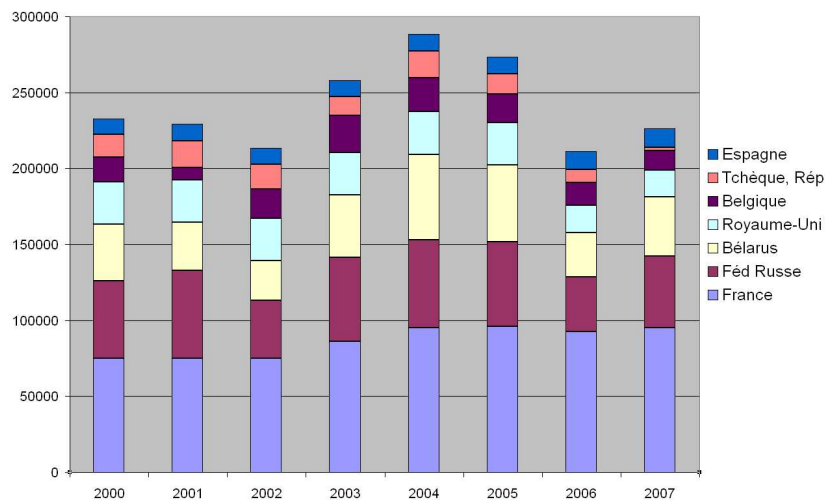


FIG. 1.3 – *Production de lin en tonnes en Europe de 2000 à 2007 [1]*

L'industrie consommant le plus de fibres végétales comme renfort de polymère est

l'industrie automobile, principalement les équipementiers. Au cœur de leurs stratégies, on trouve le développement durable et la protection de l'environnement. L'utilisation de matériaux "verts" leur permet de produire des véhicules plus écologiques avec une baisse de la masse du matériau, qui a une conséquence sur la consommation de carburant. Les principales parties d'un véhicule qui sont fabriquées à partir de fibres végétales sont : la plage arrière, les panneaux de porte, les tableaux de bord, les caches de roue de secours mais aussi des pièces plus techniques comme des déflecteurs sous le réservoir à carburant, ou des écrans sous le moteur. En plus de l'industrie automobile consommatrice de fibres végétales, d'autres secteurs industriels sont concernés : le textile, le bâtiment, l'agriculture [2, 3].

Les deux paragraphes suivants présentent les principaux renforts naturels et matrices utilisés dans les composites industriels.

1.1.2 Les fibres

Les fibres naturelles peuvent se classer en 3 groupes [4]:

- les fibres végétales (coton, lin, chanvre, jute)
- les fibres animales (alpaga, soie)
- les fibres minérales (amiante)

Fibres	E	A	σ_u	Densité ρ	Module spécifique E/ρ	Références
	(GPa)	(%)	(MPa)	(kg/m^3)		
Verre E	72-74	3,2-3,5	2300-2500	2,54	28-29	[4]
Ramie	27-108	1,2-3,8	400-1000	1,56	39-82	[4]
Lin	30-110	1,2-3	400-2000	1,53	20-72	[4-9]
Chanvre	60-70	1,6-1,8	389-1100	1,42	42-50	[4, 8]
Jute	10-30	1,5-1,8	393-800	1,44	7-21	[4]
Sisal	9-38	2-7	350-700	1,45	6,5-15,5	[4, 8]
Coco	4-6	15-40	131-175	1,15	3,5-5	[4, 7, 10]
Coton	6-13	7-8	300-600	1,5-1,6	4-8	[4]

TAB. 1.1 – *Propriétés des fibres végétales comparées aux fibres de verre*

E correspond au module d'élasticité longitudinal, A à l'allongement à la rupture et σ_u à la contrainte à la rupture. Dans l'industrie du composite, les fibres végétales sont les

plus utilisées parmi les fibres naturelles pour remplacer les fibres de verre. Il en existe de très grandes variétés généralement compétitives d'un point de vue mécanique avec le verre (voir tableau 1.1). De plus, les fibres naturelles ont l'avantage d'être plus écologiques et économiques.

La fibre d'*abaca*, appelée aussi chanvre de Manille, est extraite de l'abaca, qui est une espèce de bananier. Ces fibres sont très longues et peuvent mesurer jusqu'à 3 mètres. Elles ont une bonne résistance à la rupture et peuvent être associées à différents polymères comme le Poly Acide Lactique (PLA) ou le polypropylène, ce qui confère au composite de bonnes propriétés mécaniques [11–13].

La fibre de *coco* est issue de la partie extérieure de la noix de coco. Elle est généralement utilisée en corderie. L'avantage de cette fibre est la présence d'une fine couche de composés aliphatiques qui assure ainsi une bonne liaison fibre/matrice suivant la matrice utilisée. En effet, grâce à cette couche aliphatique, la fibre est utilisée avec du polyéthylène sans aucun traitement de surface ni modification chimique du renfort [14] car cette couche grasse a pour avantage d'améliorer l'interface fibre-matrice. Mais cette couche aliphatique doit être enlevée par un traitement alcalin pour fabriquer un composite polyester/fibre de coco [15]. En effet, la force nécessaire pour décoller le polyester de la fibre est 90% plus grande pour une fibre traitée par rapport à une fibre non traitée. De plus, les fibres non traitées, collées entre elles par cette couche aliphatique, seront moins bien dispersées dans le polyester contrairement aux fibres ayant subi un traitement alcalin. La résistance à la flexion et le module de flexion d'un composite contenant 30% de fibres de noix de coco traitées sont 40% plus importants que pour un composite polyester/fibre de coco contenant la même fraction volumique de fibres non traitées.

La fibre de *lin* est extraite de la plante du même nom. La tige peut atteindre 1 mètre de haut. Le procédé d'extraction de la fibre suit les différentes étapes suivantes :

- le rouissage qui permet d'éliminer l'écorce,
- le teillage qui consiste à extraire les morceaux de bois du xylème contenus à l'intérieur des tiges et à éliminer les fibres courtes,
- le peignage qui dénoue et aligne les faisceaux d'une longueur d'une dizaine de centimètre tout en enlevant les fibres courtes restantes, divisant ainsi les faisceaux en fibres techniques.

Le lin est très présent dans les composites car il est compétitif par rapport au verre d'un point de vue mécanique. Le module spécifique d'élasticité du lin est de 37,8 GPa et celui du verre E de 28,7 GPa (tableau 1.1). Il est possible d'utiliser la fibre de lin en tant

que renfort dans différentes matrices, comme le polypropylène [16, 17], ou bien avec un biopolymère le Poly Acide Lactique (PLA) [18].

Le *chanvre*, ou *Cannabis sativa*, est une plante à longues tiges pouvant mesurer jusqu'à 4 mètres de haut. Mais sa culture n'est pas encore très répandue au niveau mondial à cause de la confusion avec le *Cannabis sativa indica* ou marijuana, interdite dans plusieurs pays. Le procédé d'obtention de cette fibre suit le même schéma que celui du lin. Plusieurs études ont été menées sur les composites renforcés par du chanvre [19, 20]. La présence de 40% de fibres de chanvre dans un composite à matrice polypropylène/anhydride maléique permet d'atteindre des propriétés mécaniques de l'ordre de 80% de celle du composite polypropylène/fibre de verre [21]. D'autres études portant sur la recyclabilité des composites montrent que, même après plusieurs recyclages, les propriétés mécaniques du composite chanvre/polypropylène sont bien conservées [22, 23].

Les fibres de *sisal* sont extraites des feuilles du sisal, appelé *Agave sisalana*, dont la longueur peut atteindre 1 mètre. Elles sont impropres à l'industrie de l'habillement car elles sont trop raides. Mais elles sont de plus en plus utilisées dans les composites, augmentant ainsi le module d'élasticité du composite mais diminuant sa résistance à la traction [24, 25]. Par exemple, le sisal est utilisé en tant que renfort dans les panneaux de toiture ondulés, car la fibre apporte une bonne résistance mécanique et une bonne tenue au feu.

Le *jute* est une plante herbacée de la famille des *Malvacées* pouvant mesurer 6 m de haut. De cette plante, également appelée chanvre de Calcutta, sont extraites des fibres naturelles. Généralement utilisée pour faire des sacs, la fibre de jute a trouvé une nouvelle voie d'exploitation dans les composites techniques. De part sa forte teneur en lignine, qui lui confère une forte raideur, elle est impropre à l'industrie de l'habillement. Afin d'utiliser la fibre de jute en tant que renfort dans un composite, elle a besoin de subir des modifications chimiques par l'utilisation d'un dérivé d'acides gras donnant à la fibre un caractère naturellement hydrophobe, car l'interface entre la fibre et la matrice n'est pas très bonne à cause du caractère hydrophile de la fibre [26]. Une autre solution pour résoudre ce problème est une modification de la matrice grâce à l'ajout d'un agent couplant. Ce composite modifié a un meilleur module d'élasticité que le composite non modifié [27, 28].

La fibre de *ramie*, appelé aussi *Ortie de Chine*, est principalement utilisée dans le textile. Depuis quelques années, cette fibre est intégrée dans la fabrication de composites. Les fibres subissent une mercerisation avant d'être intégrées dans la matrice. La mercerisation est un procédé chimique utilisant un bain de soude, qui change la composition

biochimique d'une fibre végétale car cette méthode permet d'éliminer les constituants non-cellulosiques (hémicelluloses, lignines) ainsi que la partie amorphe de la cellulose. Mais son effet ne s'arrête pas que sur la biocomposition, car elle peut aussi réarranger ou transformer la cellulose de type I en cellulose de type II. Il faut noter que la cellulose de type II a un module d'élasticité inférieur à celui de la cellulose de type I. Les différents types de cellulose seront détaillés dans le paragraphe 1.2.1.3.1. Cette méthode augmente jusqu'à trois fois la contrainte à la rupture de la fibre mais diminue son module d'élasticité [29].

Peu de fibres peuvent être utilisées sans un agent couplant ou sans une modification chimique, à cause d'une interface plus ou moins bonne entre la fibre et la matrice et/ou du caractère hydrophile de la fibre végétale. Cependant, elles sont de plus en plus utilisées dans différents domaines industriels. La liste des fibres présentées précédemment est une liste non exhaustive des principales fibres naturelles utilisées en tant que renfort de matrices polymères. Le lin a été choisi comme sujet d'étude pour deux raisons. Tout d'abord parce que la France est le premier producteur européen de lin, et deuxièmement, les propriétés mécaniques spécifiques du lin sont généralement supérieures à celles du verre comme le montre le tableau 1.1.

1.1.3 Les polymères dans les composites

Le choix de la matrice pour le composite est très important. Par exemple, lors de la mise en œuvre du composite, la température de post-cuisson est un paramètre non négligeable. Une exposition des fibres végétales à des températures supérieures à 100°C entraînent des changements irréversibles au cœur des parois, notamment au niveau des hémicelluloses. On sait que la cellulose se dégrade entièrement à 250°C [30], par conséquent, une exposition, même brève, de la fibre végétale à plus de 200°C, provoquera des endommagements sévères au sein des parois. La matrice doit aussi avoir une masse volumique faible pour conférer des propriétés mécaniques spécifiques élevées aux matériaux composites.

Il existe trois catégories de résines polymères :

- les thermoplastiques
- les thermodurcissables
- les thermostables

La grande différence entre les résines thermodurcissables et les thermoplastiques est leur caractère recyclable. Une fois polymérisés, les thermodurcissables ont une structure réticulée. Au contraire, une résine thermoplastique peut subir plusieurs recyclages. Les

résines thermostables, comme les résines bismaléimides et les polyamides, se différencient essentiellement des autres résines par leurs performances thermiques. Elles conservent leurs propriétés mécaniques pour des températures supérieures à 200°C. Les résines thermostables ont été développées surtout dans les domaines de l'aéronautique.

Résine	Module d'élasticité (GPa)	Densité	T_g (°C)	T_f (°C)
PP	1,2	0,92	5	165
HDPE	1,1	0,95	-100	135
PS	3,2	1,05	90-100	
PET	2,6	1,30	70	255-265
PVC	2,9	1,39	75-105	160-220

TAB. 1.2 – *Propriétés des résines thermoplastiques [31]*

T_g désigne la température de transition vitreuse et T_f la température de fusion.

Les résines les plus utilisées sont les polyesters, les époxydes et les phénoliques pour les résines thermodurcissables, et les polypropylènes, les polyamides, les polyéthylènes, les polystyrènes et les polychlorures de vinyle pour les résines thermoplastiques. Les tableaux 1.2 et 1.3 donnent quelques propriétés de certaines résines thermoplastiques et thermodurcissables communément utilisées dans les matériaux composites.

Résine	Module d'élasticité (GPa)	Densité	T_{max} (°C)
Polyester	4	1,2	60-200
Epoxyde	4,5	1,2	90-200
Phénolique	3	1,3	120-200
Urée Formol	6-10	1,2-1,5	140

TAB. 1.3 – *Propriétés des résines thermodurcissables [31]*

T_{max} correspond à la température maximale d'utilisation du polymère.

Il existe aussi les biopolymères, dont Daniel Wyart [32] donne cette définition : "Un biopolymère est un polymère d'origine naturelle, biodégradable par des agents biologiques habituellement présents dans la nature ou recyclable après usage ". Il y a trois familles de polymères biodégradables :

- les polymères d'origine naturelle
- les polymères d'origine fossile

Chaque famille de polymères biodégradables a ses sous-familles. Pour les polymères naturels, on trouve les polysaccharides végétaux (amidon, cellulose...), les protéiniques (soie, laine...), et les polymères d'origine bactérienne ou biopolyesters dont le Poly Acide Lactique (PLA), le polycaprolactone (PCL), le polybutylène succinate (PBS), les polyhydroxyalcanoates (PHA) et leurs dérivés (PHB) [6]. Pour les polymères d'origine fossile, on trouve le polyacétate de vinyle (PVA), le polycaprolactone (PCL), le polyéthylène téréphtalate modifié (PET modifié avec ajout de monomères aliphatiques) et les autres polyesters aliphatiques (PTT, PBAT...).

Dans le cadre de l'étude, le choix de la résine s'est porté sur le polyester insaturé, car sa post-cuisson ne nécessite pas une température supérieure à 100°C, ce qui permet de préserver les propriétés mécaniques des fibres végétales.

1.1.4 Recyclage des composites

Avec les législations européennes et françaises, le traitement des déchets est devenu une priorité, en particulier pour les composites fabriqués à partir de résines thermodurcissables. Différentes filières de recyclage ont donc été développées [33], comme la valorisation thermique, le recyclage chimique et la valorisation matière, qui consiste à déchiqueter et à broyer ces composites qui sont ensuite réintroduits en tant que charge dans une matrice polypropylène par exemple.

Bourmaud [22] traite de la comparaison du comportement mécanique et thermique du polypropylène renforcé de chanvre, de sisal et de fibres de verre avant et après recyclage. Le taux massique de fibres dans le composite est de 30%, quelle que soit la fibre utilisée. Après plusieurs recyclages (broyage puis procédé d'injection), les images MEB du composite montrent une faible adhésion entre les fibres et la résine, ce qui nécessite l'ajout d'un agent couplant tel que l'agent maléique pour une réutilisation du composite. Les images MEB montrent également une diminution de la longueur des fibres à chaque recyclage. Après 7 recyclages, les résultats des essais mécaniques montrent que, pour un composite PP/chanvre, le module d'élasticité ne diminue que de 0,66%, alors que pour un composite PP/sisal, cette baisse est de 10% et de 40% pour le mélange PP/verre. Ces résultats correspondent à un composite dans lequel aucun agent couplant n'a été ajouté. Quel que soit le mélange (PP/verre, PP/sisal et PP/chanvre), des expériences rhéologiques mettent en évidence une diminution significative de la viscosité du composite, qui peut s'expliquer par la diminution de la longueur des fibres ainsi que par la scission des chaînes macromoléculaires.

Beg et Pickering [34, 35] ont étudié expérimentalement un mélange PP/bois. Le pour-

centage de fibres est de 40% puis de 50%, avec ajout d'anhydride maléique. Leurs résultats d'un point de vue mécanique peuvent être comparés à ceux de Bourmaud [22], car après 8 recyclages qui consistent à broyer le composite et à faire un procédé d'injection, il y a bien une baisse de propriétés mécaniques de 17% pour le module d'élasticité et de 25% pour la contrainte à rupture. En plus de l'effet du recyclage des composites, Beg et Pickering [35] se sont aussi intéressés à l'effet de l'humidité sur la tenue mécanique des composites PP/bois. Ils ont pour cela effectué des essais de vieillissement hygrothermique en plongeant les échantillons dans un bain d'eau distillée chauffée à 50°C. Les résultats montrent que le coefficient de diffusion ainsi que la teneur en eau à l'équilibre du composite diminuent quand le nombre de recyclage augmente. Par exemple, la teneur en eau à l'équilibre pour le composite non recyclé est de 9.4% alors que pour un composite recyclé 8 fois, elle est de 6,4%.

Malgré une baisse des propriétés mécaniques, le recyclage des composites est donc intéressant d'un point de vue écologique, car il est possible de réutiliser le composite en conservant de bonnes propriétés mécaniques mais aussi d'un point de vue hygroscopique car plus le composite est recyclé, plus sa sensibilité à l'humidité est faible.

1.2 Caractérisation de la fibre végétale

Le paragraphe suivant décrit la morphologie, la composition biochimique ainsi que les propriétés mécaniques et hygroscopiques des constituants des fibres végétales.

1.2.1 Morphologie de la fibre végétale, des couches et des constituants des parois

1.2.1.1 La fibre végétale

La fibre végétale est considérée comme un matériau multicouche du fait des parois cylindriques concentriques qui la composent.

Au centre de la fibre élémentaire, on distingue le lumen qui contenait, jusqu'à maturité de la fibre, le noyau cellulaire et le cytoplasme. La taille du lumen permet de déterminer la qualité et le degré de maturité de la fibre [36]. La paroi végétale, qui est l'enveloppe de la cellule végétale, est composée essentiellement de composés glucidiques. Elle comporte 2 parties présentées sur la figure 1.4 :

- la paroi primaire
- la paroi secondaire, elle-même composée de 3 couches : S1, S2 et S3

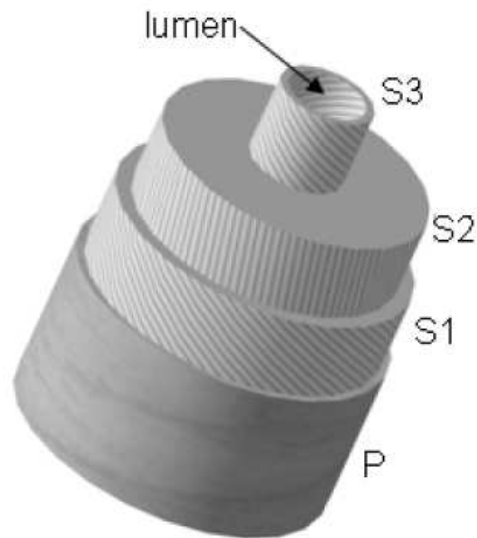


FIG. 1.4 – Schéma des parois d'une fibre de lin [37]

1.2.1.2 Les sous-couches

La *lamelle mitoyenne* (Figure 1.5) est une interface permettant de coller les fibres entre elles. Elle est composée de polysaccharides amorphes, des pectines notamment, sa composition biochimique dépend de la fibre étudiée.

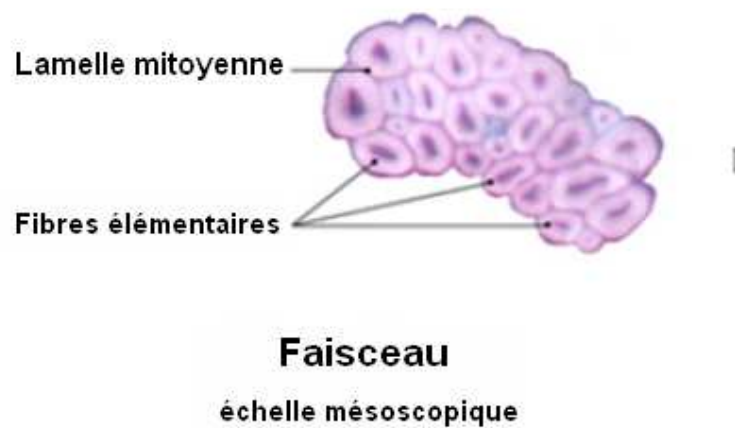


FIG. 1.5 – Faisceau de fibres obtenu par microscopie optique

A l'aide d'un microscope électronique en transmission, les différentes couches de la paroi végétale sont plus ou moins facilement détectables suivant les fibres étudiées et on peut ainsi estimer leur épaisseur respective (Figure 1.6).

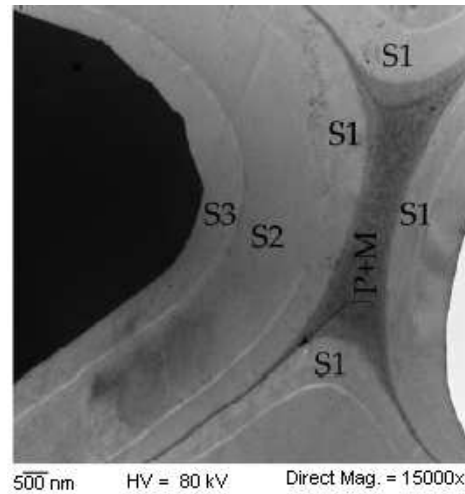


FIG. 1.6 – Les différentes couches d’une fibre de *Recktophyllum* vue au microscope électronique en transmission [38]

La *paroi primaire* est la paroi la plus externe dont l’épaisseur est comprise entre 0,1 et 0,5 μm (Figure 1.4) [39]. Cette paroi est poreuse et élastique [40]. Elle est constituée principalement de pectines et de microfibrilles de cellulose orientées aléatoirement [41, 42].

Souvent, on associe la paroi primaire et la lamelle mitoyenne, car il est difficile de distinguer les deux (Figure 1.6). De plus, au sein de la fibre de bois, leur composition biochimique est très proche car elles contiennent une grande quantité de lignine et peu de cellulose (Figure 1.7).

La composition chimique des différentes couches de la paroi cellulaire est illustré à la figure 1.7. On peut remarquer le taux de cellulose est plus important dans la couche S_2 que dans la couche S_1 est que la couche S_2 est la paroi la plus épaisse de la fibre végétale.

La *paroi secondaire* ou paroi interne possède une épaisseur d’environ 10 μm , constituant la plus grande partie du volume de la fibre. Cette paroi se divise en 3 couches : S_1 , S_2 et S_3 . Ces trois sous-couches se différencient par leur composition biochimique, leur épaisseur ainsi que par leur arrangement.

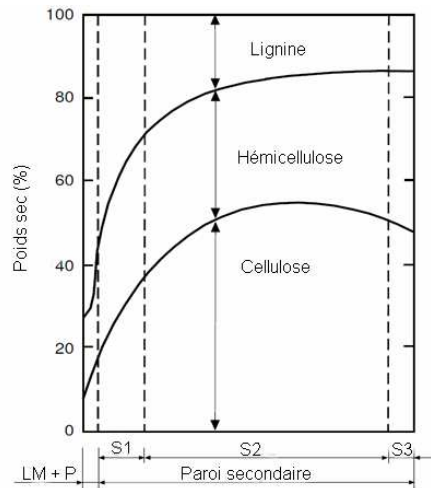


FIG. 1.7 – *Composition des parois cellulaires d'une fibre de bois [43]*

La *paroi primaire* ainsi que la *paroi secondaire* sont considérées comme des composites renforcés de fibrilles. Leurs principaux constituants sont la cellulose, les hémicelluloses et la lignine qui constitue la matrice du composite. Chacune des sous-couches est constituée de lamelles concentriques, qui consistent en un enroulement de microfibrilles de cellulose parallèles entre elles dans une matrice de lignine, les hémicelluloses assurent l'interphase. L'élément constitutif des parois est appelé microfibrille. L'arrangement entre les trois principaux constituants de la fibre diffère d'un auteur à un autre, Preston [44] et Fengel [45] par exemple, mais tous s'accordent à dire que l'hémicellulose est très liée à la cellulose. Ces deux constituants seraient eux-mêmes entourés de lignine (paragraphe 1.4.2, figure 1.33).

Les microfibrilles de cellulose sont observables au microscope confocal ou par diffraction des rayons X. En effet, la cellulose, dont la structure se décrit à l'échelle submicronique, est trop petite pour le microscope optique qui a une résolution minimum de quelques microns. Suite à ces observations, on considère que les microfibrilles sont disposées en forme de spirale, formant un angle β avec l'axe longitudinal de la fibre (Figure 1.8). Cet angle est appelé l'angle des microfibrilles (AMF), il est déterminé par diverses techniques dont la microscopie confocale polarisante et la diffraction des rayons X [46–48]. Plus l'angle est petit, plus les microfibrilles de cellulose sont verticales. Ainsi, la couche S_2 , qui est la couche la plus riche en cellulose, a une disposition favorisant le soutien de la plante. Cette couche est donc très importante pour la résistance mécanique.

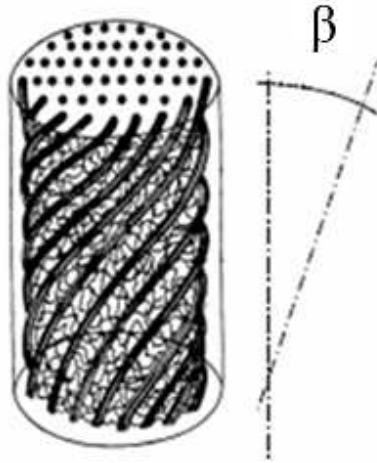


FIG. 1.8 – *Représentation de microfibrilles formant un angle β avec la direction longitudinale de la fibre, hélice en Z [49]*

Les fibres végétales se distinguent par l'angle microfibrillaire dans les sous-couches. Par exemple, pour la fibre de lin, l'angle des microfibrilles dans la sous-couche S_2 pour le lin. Le tableau S_2 permet de distinguer les fibres végétales entre elles. Contrairement à l'angle des microfibrilles des couches S_1 et S_3 que l'on peut considérer comme constant mais variable d'un type de fibre à un autre.

La couche S_1 est constituée d'un treillis de fibres dont l'angle varie de -80° à 80° , elle représente 5 à 10 % de l'épaisseur totale de la paroi végétale (Figure 1.7). Le tableau 1.4 donne le pourcentage des différents constituants dans la couche pour différentes variétés de bois.

Cellulose	Hémicellulose	Lignine	Fibre	Référence
28	31	41	Bois juvénile	[50]
20	15	65	Epicéa	[45]
20	15	65	Pin	[37]

TAB. 1.4 – *Composition en pourcentage massique de la couche S_1 pour quelques fibres végétales (%)*

La couche S_2 , qui est la plus épaisse, occupe environ 75 à 85% de l'épaisseur de la paroi végétale (Figure 1.7) et assure la rigidité mécanique globale de la fibre végétale. Les microfibrilles ont un angle compris entre 0° et 45° (tableau 1.5). L'analyse chimique de la couche S_2 pour différentes variétés de bois est donnée dans le tableau 1.6.

Fibre	Angle microfibrillaire (°)	Références
Lin	6 - 11	[4, 40, 51–55]
Chanvre	6 - 7,5	[4, 51, 52, 54, 56]
Ramie	3 - 8	[4, 51, 52, 54]
Jute	7,5 - 8	[4, 51, 52, 54]
Sisal	20 - 36	[4, 51, 52, 54, 56]
Noix de Coco	40 - 45	[4, 51, 54, 56]
Bois	5 - 45	[4, 37]
Recktophyllum	40	[57]

TAB. 1.5 – *Quelques exemples de valeurs de l'angle des microfibrilles dans la couche S_2 pour différentes fibres*

Cellulose	Hémicellulose	Lignine	Fibre	Référence
50	31	19	Bois juvénile	[50]
50	27	23	Epicéa	[45]
49	27	24	Pin	[37]

TAB. 1.6 – *Composition en pourcentage massique de la couche S_2*

Les microfibrilles de la couche S_3 font un angle égal à $\pm(40^\circ - 80^\circ)$ avec l'axe de la fibre [37]. L'épaisseur de la couche varie entre 5 et 10% de l'épaisseur totale de la paroi cellulaire (Figure 1.7). Le tableau 1.7 présente la composition chimique de la couche S_3 pour différentes variétés de bois.

Cellulose	Hémicellulose	Lignine	Fibre	Référence
48	36	16	Bois juvénile	[50]
45	35	20	Epicéa	[45]
49	27	24	Pin	[37]

TAB. 1.7 – *Composition en pourcentage massique de la couche S_3*

1.2.1.3 Les constituants de la fibre végétale

Une cellule végétale est principalement constituée de cellulose, d'hémicellulose, et de lignine. Dans le lin, on trouve en plus un pourcentage non négligeable de pectines. Le tableau 1.8 donne la composition biochimique de certaines fibres.

	Cellulose	Hémicelluloses	Lignines	Pectines	Autres (cire, eau,...)
Lin	64-85	5-20	0-5	2-20	9-12
Chanvre	58-85	10-23	3-6	1-17	11
Jute	61-75	11-15	8-15	0,2-1	11
Ramie	68,6-76,2	13-17	0,6	1,9-2	8,3
Sisal	66	12	9,9	0,8	11,3

TAB. 1.8 – *Composition en pourcentage massique de différentes fibres [29, 49, 58-63]*

La figure 1.9 donne les différents axes de la fibre et des sous couches. Les axes longitudinal, tangentiel et radial sont représentés respectivement pour les sous-couches par les axes 1, 2 et 3, et par les axes z , θ et r pour la fibre. Le plan (2,3) donne le plan d'isotropie transverse des sous-couches. Le repère (r,θ,z) représente le repère cylindrique de la fibre.

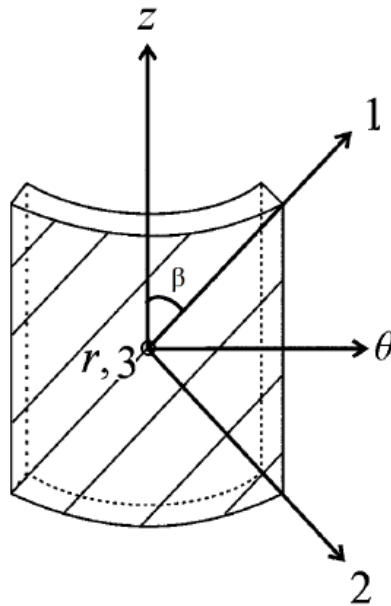


FIG. 1.9 – *Différents repères au sein de la fibre*

1.2.1.3.1 La cellulose

La *cellulose* est un homopolymère linéaire composé d'unités de D-anydroglucopyranose (monomère: cellulobiose, formule: $C_6H_{10}O_5$), reliées entre elles par des liaisons β -(1-4) (Figure 1.10). Son degré de polymérisation peut engendrer des molécules de quelques centaines à plusieurs milliers de monomères, en moyenne, il est de 8000 [64]. L'agencement supramoléculaire de sa structure cristalline lui donne une rigidité importante avec un module d'élasticité élevé.

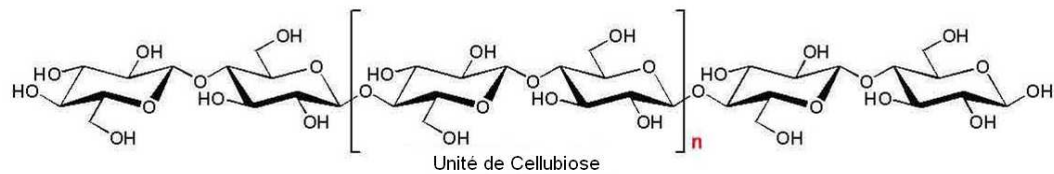


FIG. 1.10 – Structure moléculaire de la cellulose

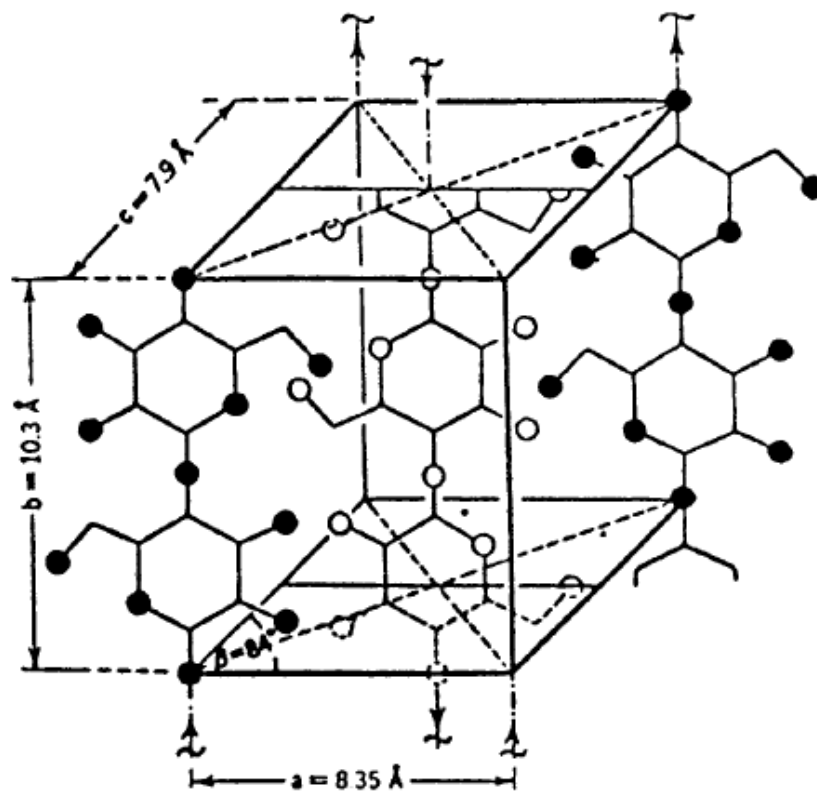


FIG. 1.11 – Géométrie de base des celluloses

Il existe différents types de cellulose (I, II, III et IV) qui se différencient par leur géométrie de base et leur dimension. La figure 1.11 montre la géométrie de base des

celluloses et le tableau 1.9 les dimensions de chaque type de cellulose. On s'intéressera à la cellulose de type I qui est présente en majorité dans les parois cellulaires.

Types	Dimensions (nm)			$\beta(^{\circ})$
	a	b	c	
Cellulose I	0.821	1.030	0.790	83.3
Cellulose II	0.802	1.036	0.903	62.8
Cellulose III	0.774	1.030	0.990	58
Cellulose IV	0.812	1.030	0.799	90

TAB. 1.9 – Paramètres de cellules élémentaires des différents types de cellulose [65]

De part sa forte cristallinité, sa rigidité est indépendante du taux d'humidité. On supposera la cellulose isotrope transverse en prenant les hypothèses de Salmèn [66], qui considère que seule la cellulose a un effet significatif sur le module longitudinal de la fibre grâce à son module d'élasticité élevé dans la direction longitudinale de la fibre. Sa matrice de souplesse est donnée par la relation 1.1 dans le repère (1,2,3) de la figure 1.9 et différentes valeurs des modules d'élasticité, extraites de la littérature, sont données dans le tableau 1.10.

$$S^{Cellulose} = \begin{pmatrix} \frac{1}{E_{11}} & \frac{-\nu_{12}}{E_{11}} & \frac{-\nu_{12}}{E_{11}} & 0 & 0 & 0 \\ \frac{-\nu_{12}}{E_{11}} & \frac{1}{E_{22}} & \frac{-\nu_{23}}{E_{22}} & 0 & 0 & 0 \\ \frac{-\nu_{12}}{E_{11}} & \frac{-\nu_{23}}{E_{22}} & \frac{1}{E_{22}} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \frac{1}{G_{23}} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{1}{G_{12}} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{1}{G_{12}} \end{pmatrix} \quad (1.1)$$

Constantes d'élasticité	Valeurs	Références
E_{11} (GPa)	134	estimé, [37] [66]
	135	mesuré, [67]
	138	mesuré, [68]
	150	estimé [69]
E_{22} (GPa)	27.2	estimé, [37] [66]
	18	estimé, [70]
	17.5	estimé, [69]
G_{12} (GPa)	4.4	estimé, [66]
	5.1	estimé, [37]
	4.5	estimé, [69]
ν_{12}	0 0.1	estimé, [66]
	0.1	estimé, [69]
ν_{23}	0.5	estimé, [66]
	0.48	estimé, [37]
	0.5	estimé, [69]

TAB. 1.10 – *Constantes élastiques de la cellulose selon différents auteurs*

1.2.1.3.2 Les hémicelluloses

Les *hémicelluloses* sont un ensemble de polysaccharides très hydrophiles, car elles contiennent de nombreux sites pouvant réagir avec l'eau. Elles sont responsables de la prise d'eau dans la fibre. Les polysaccharides rencontrés sont principalement le xylane, le glucomannane, le xyloglucane.

$$S^{Hemicelluloses} = \begin{pmatrix} \frac{1}{E_{11}} & \frac{-\nu_{12}}{E_{11}} & \frac{-\nu_{12}}{E_{11}} & 0 & 0 & 0 \\ \frac{-\nu_{12}}{E_{11}} & \frac{1}{E_{22}} & \frac{-\nu_{23}}{E_{22}} & 0 & 0 & 0 \\ \frac{-\nu_{12}}{E_{11}} & \frac{-\nu_{23}}{E_{22}} & \frac{1}{E_{22}} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \frac{1}{G_{23}} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{1}{G_{12}} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{1}{G_{12}} \end{pmatrix} \quad (1.2)$$

De plus, les molécules d'hémicellulose ont tendance à se comporter mécaniquement comme la cellulose, c'est donc pour cela qu'on les considère isotrope transverse (relation 1.2) dans le repère (1,2,3) de la figure 1.9. Le tableau 1.11 présente leurs constantes élastiques.

Constantes d'élasticité	Valeurs	Références
E_{11} (GPa)	2	estimé, [66]
	6	estimé, [70]
	8	estimé, [69]
E_{22} (GPa)	0.8	estimé, [66]
	3.4	estimé, [69]
G_{12} (GPa)	1	estimé, [66]
	1-2	estimé, [37]
	1.2	estimé, [69]
ν_{12}	0.2	estimé, [66]
	0.33	estimé, [69]
ν_{23}	0.5	estimé, [66]
	0.4	estimé, [37]
	0.43	estimé, [69]

TAB. 1.11 – *Constantes d'élasticité des hémicelluloses selon différents auteurs (HR% = 12%)*

1.2.1.3.3 Les lignines

Les *lignines* sont des polymères hydrocarbonés et font partie des composés phénoliques. Leurs propriétés mécaniques varient avec le taux d'humidité et la température [71]. De plus, les lignines sont considérées comme un thermoplastique. Contrairement à la cellulose et aux hémicelluloses, les lignines ont un comportement mécanique supposé isotrope. La matrice de rigidité des lignines, donnée par la relation 1.3, s'exprime en fonction des coefficients de Lamé λ et μ . Les constantes élastiques des lignines sont présentées dans le tableau 1.12.

$$C^{Lignine} = \begin{pmatrix} a & \lambda & \lambda & 0 & 0 & 0 \\ \lambda & a & \lambda & 0 & 0 & 0 \\ \lambda & \lambda & a & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \mu & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \mu & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \mu \end{pmatrix} \quad (1.3)$$

$$\text{Avec } \lambda = \frac{E\nu}{(1+\nu)(1-2\nu)}, \mu = \frac{E}{2(1+\nu)} \text{ et } a = \lambda + 2\mu.$$

Constantes d'élasticité	Valeurs	Références
E (GPa)	2	[66]
	3	[70]
	6	[69]
	2-3.5	[37]
ν	0.3	[66]
	0.33	[37]
	0.33	[69]

TAB. 1.12 – Constantes élastiques de la lignine HR% = 12%

Le tableau 1.13 donne les différentes valeurs de la masse volumique de la cellulose, des hémicellulose et des lignines issues de la littérature.

Constituant	ρ (kg/m ³)	Références
Cellulose	1550	[37]
	1600	[72]
Hémicelluloses	1490	[37]
	1500	[72]
Lignines	1400	[37] [72]

TAB. 1.13 – Masse volumique des différents constituants

1.2.1.3.4 Les pectines

Les *pectines* sont des polymères polysaccharides acides, car elles sont principalement composées par des acides galacturoniques (Figure 1.12). On retrouve les pectines dans la

lamelle mitoyenne et la paroi primaire de la cellule végétale; elles assurent la cohésion entre les différentes cellules. Les pectines ont la capacité d'échanger des ions, surtout des ions calcium. Ainsi elles peuvent se relier entre elles grâce à cet échange d'ions calcium pour former des ponts calciques [73]. Elles sont extraites de la fibre par une méthode chimique soit à l'eau bouillante [74] soit par l'acide éthylène diamine tétracétique (EDTA) [75].

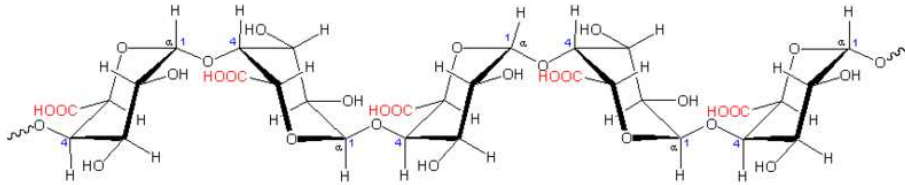


FIG. 1.12 – *Acide galacturonique*

Dans la suite du manuscrit, les hémicelluloses et les lignines seront écrites au singulier à savoir l'hémicellulose et la lignine.

Dans le paragraphe précédent, il a été montré que les constituants chimiques des fibres végétales, principalement l'hémicellulose et la lignine, sont fortement sensibles à l'humidité. En conséquence, les composites renforcés de fibres végétales présentent des propriétés mécaniques fortement dépendantes de l'humidité. Dans le paragraphe suivant, nous examinons l'influence de l'humidité au sein du composite, et surtout à quel niveau l'humidité intervient et quelles en sont les conséquences sur les propriétés mécaniques aux différentes échelles du composite.

1.3 Influence de l'humidité sur les propriétés mécaniques

1.3.1 Durabilité et vieillissement

Fayolle et al. [76] donnent la définition du vieillissement : “ Le vieillissement correspond à tout phénomène d'évolution lente et irréversible de la structure et/ou de la composition du matériau sous l'instabilité propre de l'interaction avec l'environnement, de sollicitations mécaniques ou de la combinaison de plusieurs autres de ces causes.” Cette évolution affecte les propriétés mécaniques du composite. Lorsque les sollicitations extérieures sont trop importantes ou trop agressives, les performances de la structure diminuent.

Le vieillissement peut donc agir aussi bien sur chacun des constituants, comme sur les deux, mais aussi au niveau de l'interface entre la matrice et les fibres. Le vieillissement d'une pièce composite a donc un impact sur sa durée de vie, ce qui s'exprime par le

temps pendant lequel les performances du matériau sont assurées. Afin d'évaluer cette durée de vie, il est possible d'effectuer des expériences en vieillissement naturel, qui sont souvent très longues. Il est donc souvent préférable de recourir au vieillissement accéléré en laboratoire, qui permet ainsi de réduire les temps d'expérimentation. Un vieillissement naturel sera nécessaire afin de valider les conditions et les résultats du vieillissement accéléré.

Il existe deux catégories de vieillissement [77] : le vieillissement physique (structure chimique non modifiée) et le vieillissement chimique. Diverses méthodes permettant de réaliser ces vieillissements en laboratoire ont été mises en place pour refléter au mieux les conditions réelles durant le cycle d'utilisation du composite.

Pour le vieillissement physique, on trouve :

- le processus de relaxation structurale (paramètres T et σ), qui a pour cause l'instabilité propre du matériau; il n'y a pas forcément d'interaction avec le milieu extérieur, seule la configuration spatiale des macromolécules est modifiée,
- le processus d'absorption-désorption (absorption de solvants, migration d'adjuvants), c'est-à-dire des petites particules de solvant vont migrer au sein du matériau ce qui peut avoir des conséquences sur les propriétés des matériaux.

Et pour le vieillissement par réaction chimique, on a par exemple :

- la coupure du squelette des macromolécules, qui se fait généralement suite à une thermolyse ou à une hydrolyse, et cette réaction aura une forte influence sur la baisse des propriétés mécaniques du composite,
- la dépolymérisation qui est peu rencontrée dans le vieillissement des composites, car elle n'intervient qu'à des températures élevées,
- l'oxydation des composites peut survenir par différentes voies (thermique, photochimique et radiochimique).

Dans le cas de la matrice, le mécanisme de vieillissement est principalement chimique, alors que le vieillissement des fibres végétales est physique (généralement dû à une prise en eau, mais aussi à des attaques fongicides et à l'effet des rayons ultraviolets).

Dans un composite renforcé de fibres végétales, ce sont en général les fibres qui absorbent de l'eau car la matrice est supposé hydrophobe.

L'absorption d'eau dans le composite a pour conséquence une instabilité dimensionnelle, un gonflement des fibres et une décohésion de l'interface fibres/matrice (Figure 1.13). Wang [78] montre que l'humidité est le principal facteur de l'instabilité dimensionnelle du composite, et que la température joue aussi un rôle important. Plus la température augmente, plus l'absorption d'eau est rapide et importante. Une baisse des propriétés du composite est observée suite à la prise en eau des fibres. Le tableau 1.14 montre l'évolution

des propriétés mécaniques d'un composite polypropylène et pin radiata (40% massique) avant et après un vieillissement de 238 jours à différentes températures. L'ajout d'anhydride maléique augmente les propriétés mécaniques du composite; ceci est dû à la meilleure adhésion entre fibres et matrice induite par cet agent couplant.

Propriétés mécaniques	Ajout d'Acide Maléique (AM)	Température de vieillissement (°C)			
		Non vieilli	30	50	70
Résistance à la traction (MPa)	Avec 4% AM	41 \pm 1,4	28	22,5	17
	Sans AM	23 \pm 1,5	19	17,5	16
Module d'élasticité (MPa)	Avec 4% AM	4553 \pm 489	2282	2029	1578
	Sans AM	3619 \pm 436	1291	1226	1133

TAB. 1.14 – *Propriétés d'un composite PP/Pin radiata non vieilli et vieilli [79]*

1.3.2 Absorption d'eau au niveau des fibres et de l'interface fibre-matrice

Contrairement aux fibres de verre, qui grâce à leur forte cristallinité permettent de diminuer le taux d'absorption d'eau dans le composite, les fibres végétales piègent l'eau entre leurs microfibrilles car elles ont une grande affinité avec l'eau. A cause du vieillissement, des agressions du milieu extérieur, des sollicitations mécaniques sur la pièce, le composite peut se fissurer, laissant ainsi l'eau s'insérer et de se lier aux fibres par diffusion. A cause des variations de température et d'humidité imposées au composite pendant sa période d'utilisation, les fibres vont gonfler et se rétracter sans arrêt, créant ainsi des efforts internes lors du gonflement, et laissant place à des cavités lors du retrait. Ces cavités en plus des fissures déjà présentes augmenteront l'absorption de l'eau dans le composite et plus particulièrement au niveau de la fibre.

Le problème d'absorption d'eau est souvent lié à une mauvaise interface entre matrice et fibres. En effet, les fibres végétales, n'étant pas entièrement entourées par le polymère, auront tendance à absorber l'eau présente dans l'humidité ambiante à laquelle elles seront exposées. Grâce les images microscopiques d'un composite vieilli, on voit bien que les fibres ne sont plus complètement imprégnées par la résine. La figure1.13(a) montre un composite non vieilli à base de polypropylène, fibre de bois et anhydride maléique. La figure1.13(b) le présente après un cycle de vieillissement par immersion dans de l'eau distillée à 50°C pendant 9 mois [80].

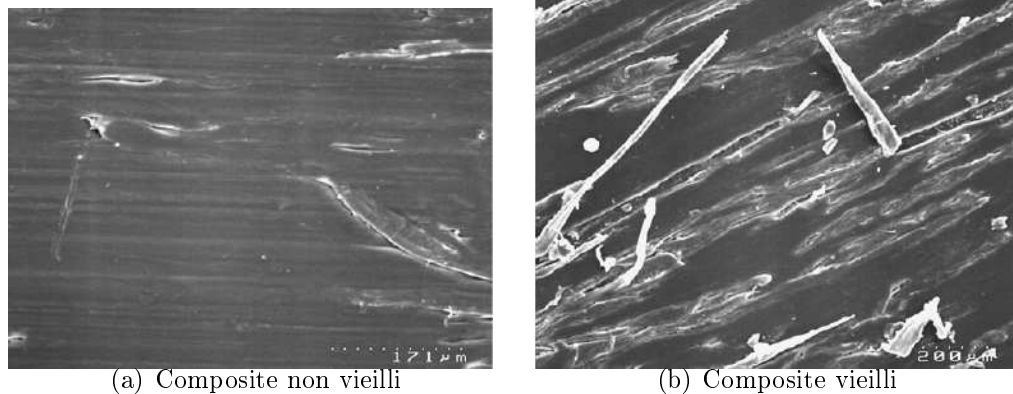


FIG. 1.13 – Composite polypropylène/fibre de bois/anhydride maléique, non vieilli (a) et vieilli (b) [80]

On remarque qu'après vieillissement, les fibres de bois apparaissent à la surface du composite, elles ne sont plus entourées par la matrice hydrophobe. Ainsi l'absorption d'eau s'accélère dans le composite.

Différentes études de vieillissement de composites à base de fibres de lin ont été menées [16, 17]. Afin d'éviter le problème d'absorption d'eau, différents traitements existent : tout d'abord, il est possible d'utiliser de l'anhydride maléique qui ajoute ainsi un groupe fonctionnel à la cellulose en formant un film hydrophobe (Figure 1.14).

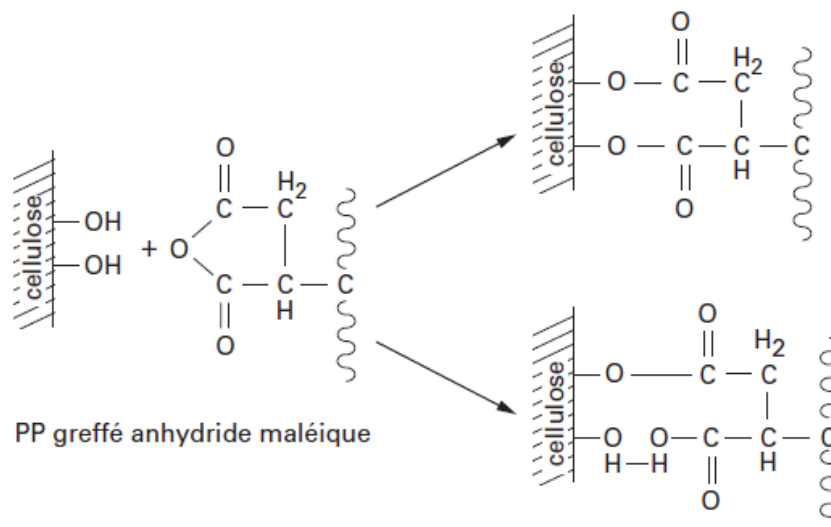


FIG. 1.14 – Schéma des mécanismes à l'interface fibre végétale/anhydride maléique/polypropylène [33]

On peut aussi agir directement sur la fibre avec le procédé de rétification[®], qui consiste en une cuisson de la fibre à haute température, entraînant ainsi une modification physico-

chimique de la fibre au niveau de ses constituants par dégradation de la lignine et de l'hémicellulose. Cette méthode a un impact positif sur l'hydrophilie et la stabilité dimensionnelle de la fibre, mais confère à cette dernière des propriétés mécaniques plus faibles. Pour le pin maritime rétifé[®] par exemple, le module d'élasticité n'est pas affecté par le procédé de réтификаtion[®] [81], mais sa densité décroît de 10%, sa contrainte à la rupture de 45%.

1.3.3 Absorption d'eau au niveau des constituants de la fibre

Comme le montre le paragraphe précédent, la fibre végétale est fortement hygrophile alors que la matrice est supposé hygrophobe.

Parmi les trois constituants (Cellulose, Hémicellulose et Lignine), la cellulose, qui a une structure quasi cristalline, réagit très peu avec l'eau. Seules la lignine et l'hémicellulose sont donc à même de réagir en présence d'eau [37, 82]. Dans la littérature, peu d'articles traitent de l'influence de l'humidité à l'échelle des constituants de la fibre. Parmi ces articles, les travaux de W. J. Cousins [71, 82] permettent d'obtenir l'évolution des propriétés mécaniques de l'hémicellulose et de la lignine en fonction de l'humidité relative. Différentes méthodes d'extraction ont permis à cet auteur d'obtenir des échantillons "purs" des différentes lignines et hémicelluloses. Elles ont ensuite été conditionnées puis testées mécaniquement afin de déterminer les modules d'élasticité en fonction de taux d'humidité.

Au niveau des essais mécaniques, les échantillons d'hémicellulose ont été testés par nanoindentation et les échantillons de lignine par traction et torsion (Figure 1.15).

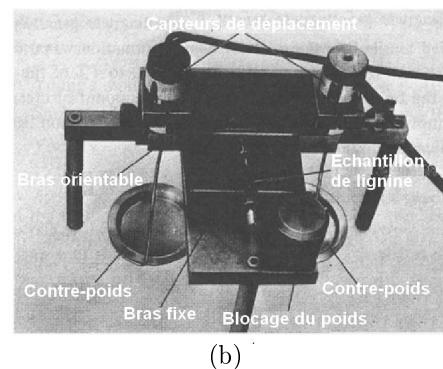
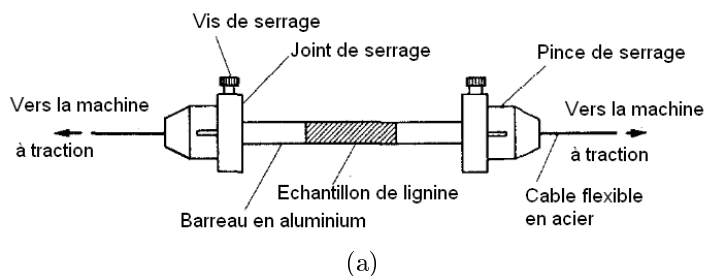


FIG. 1.15 – *Dispositif pour les tests des échantillons de lignine, (a) en traction, (b) en torsion [71]*

Tous les résultats sur les lignines et les hémicelluloses vont être détaillés ci-après.

Il existe 4 sortes de lignine:

- la lignine de Klason
- la lignine périodate
- la lignine dioxane
- la lignine de Brauns

La lignine de Brauns, n'a pas été prise en compte, car elle représente déjà un pourcentage faible de la lignine native et, lors de l'extraction, seulement 10% des lignines du bois sont isolées. Les échantillons préparés à partir des trois autres lignines, dont les dimensions sont 20 mm de long et 4,8 mm de diamètre, ont été conditionnés à différents taux d'humidité et ont subi des essais de traction et de torsion (Figures 1.15(a) et 1.15(b)). Une relation entre la teneur en eau de l'échantillon et l'humidité relative de l'air a été établie pour chaque lignine (Figure 1.16). Les différents types de lignine n'ont pas la même teneur en eau à une humidité relative donnée. Cela vient de leur différence d'un point de vue macromoléculaire.

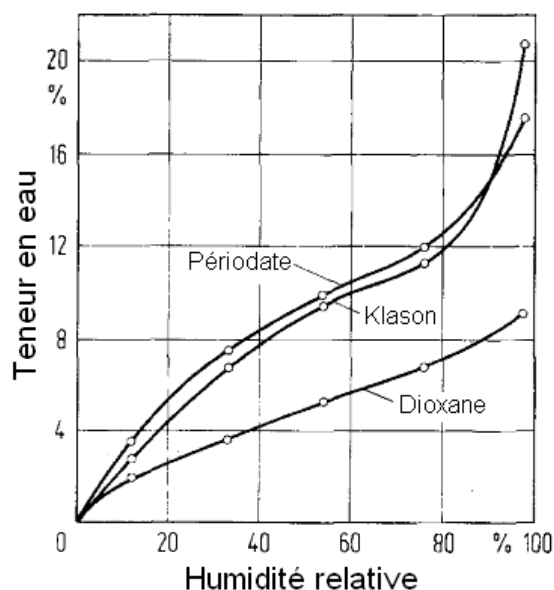


FIG. 1.16 – Relation entre la teneur en eau et l'humidité relative de l'air pour trois lignines [71]

La figure 1.17 présente les résultats des essais mécaniques réalisés sur les échantillons des lignines à différentes humidités relatives. Les résultats des essais mécaniques sur la lignine dioxane ne sont pas représentés sur la figure 1.17, car la lignine dioxane ne représentait qu'un faible pourcentage de la lignine native extraite, c'est pour cela que les échantillons faits à partir de cette lignine étaient trop petits pour être testés mécaniquement.

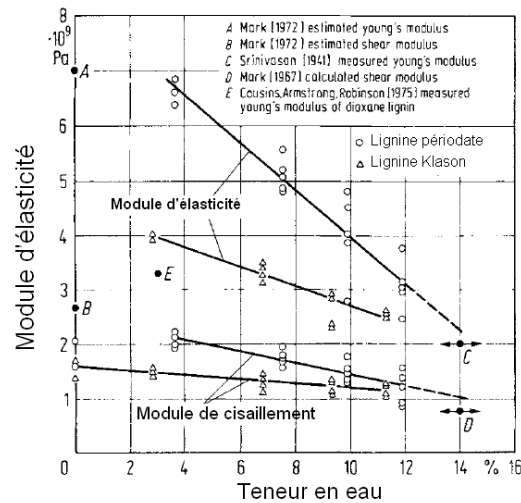


FIG. 1.17 – Evolution du module d'Young et du module de cisaillement des lignines en fonction de la teneur en eau. Les régressions linéaires ont été représentées [71]

Suite à ces expériences, il s'avère que le module d'élasticité et le module de cisaillement des différentes lignines sont affectés par l'humidité, quel que soit le type de lignine étudié. Pour la lignine périodate, les valeurs décroissent fortement passant de 6,7 GPa à 3,1 GPa pour le module d'élasticité, et de 2,1 GPa à 1,2 GPa pour le module de cisaillement, lorsque la teneur en eau augmente de 3,6% à 12% (Figure 1.17). La lignine de Klason a un comportement quelque peu différent. Ses modules sont plus faibles et décroissent lentement. De 3% à 12% de teneur en eau, le module d'élasticité décroît de 4 à 2,3 GPa et le module de cisaillement de 1,5 GPa à 1,1 GPa.

On considère que le comportement de la lignine périodate est le plus proche du comportement de la lignine native, car la lignine périodate a subi le moins de changement physique et chimique pendant son extraction contrairement à la lignine de Klason et à la lignine dioxane.

En couplant les figures 1.16 et 1.17, on pourra obtenir l'évolution du module d'Young et du module de cisaillement en fonction de l'humidité relative de l'air. Une même analyse pourra être faite avec les figures 1.18 et 1.19 correspondant aux hémicelluloses, dont les résultats vont être détaillés dans le paragraphe suivant.

Deux hémicelluloses ont été isolées et testées par nanoindentation, il s'agit du xylane et du glucomannane appelées respectivement hémicellulose B et hémicellulose C dans l'article [82]. De même que pour la lignine, les échantillons, dont les dimensions sont de 10 mm de long et 4,8 mm de diamètre, ont été conditionnés à différents taux d'humidité relative. La teneur en eau est beaucoup plus importante pour l'hémicellulose que pour la

lignine comme le montre la figure 1.18.

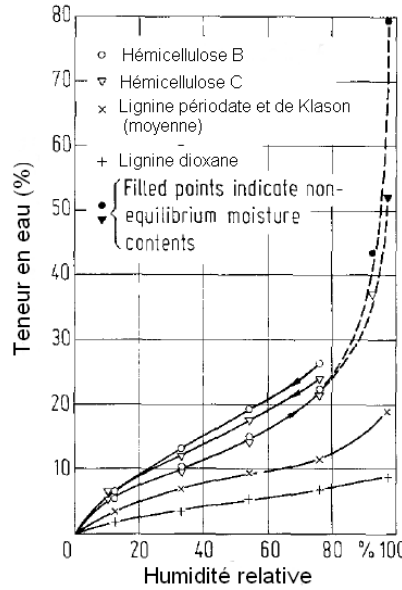


FIG. 1.18 – Courbe d'absorption d'humidité des lignines et des hémicelluloses [71]

Cette différence vient du fait que le nombre de groupes hydroxyles libres, qui réagissent avec l'eau, au sein de la structure moléculaire de l'hémicellulose est plus important qu'au sein de la lignine. Certes la lignine sera aussi affectée par cette augmentation de l'humidité mais dans une moindre mesure que l'hémicellulose. Contrairement aux essais sur la lignine, seul le module d'Young a été obtenu à partir des essais de nanoindentation. Il est donné par la relation 1.4. Dans le cas où le coefficient de Poisson est inconnu, il est choisi arbitrairement égal à 0,35 afin de minimiser l'incertitude sur la valeur de E . Les résultats sont présentés sur la figure 1.19.

$$E^{2/3}(\pm 12,5\%) = \left(\frac{0,95}{D^{1/3}}\right)\left(\frac{W^{2/3}}{h_e}\right) \quad (1.4)$$

$$\text{Avec } h_e = \left(\frac{1 - \nu^2}{E}\right)^{2/3} \left(\frac{9}{8}D\right)^{1/3} W^{2/3}$$

où:

- h_e est la profondeur de trace (mm);
- E est le module d'Young de l'échantillon testé (MPa);
- ν est le coefficient de Poisson de l'échantillon testé;
- D est le diamètre de la balle, utilisé lors de la nanoindentation (mm);
- W est le chargement (N).

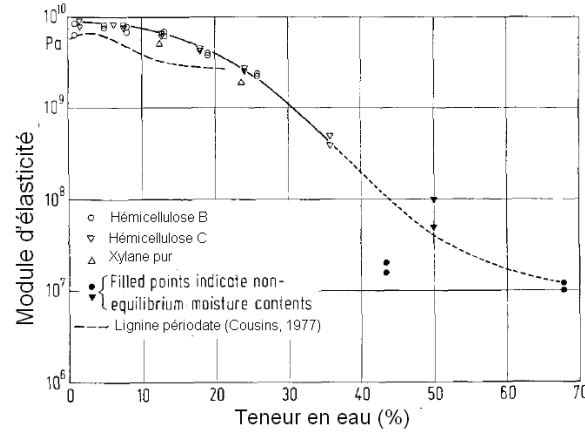


FIG. 1.19 – *Evolution du module d'Young des hémicelluloses B et C en fonction de la teneur en eau. Comparaison avec la lignine [71]*

La décroissance du module d'élasticité de l'hémicellulose (Figure 1.19) est beaucoup plus prononcée que pour le module d'élasticité de la lignine (Figure 1.17). En effet, pour la lignine, le module d'élasticité décroît jusqu'à 2,8 GPa pour une humidité de saturation sachant que pour une humidité relative de 0%, sa valeur est de 8 GPa.

Pour déterminer la teneur en eau au sein de la cellulose, de l'hémicellulose et de la lignine, il faut aussi connaître les déformations d'origine hydrique et les coefficients d'hygroexpansion. Ces coefficients ont été déterminés par I.D. Cave [70] et sont donnés par la relation 1.5.

$$\beta^{Cellulose} = \begin{pmatrix} 0 \\ 0 \\ 0 \end{pmatrix}; \quad \beta^{Hemicellulose} = \begin{pmatrix} 0 \\ 0,5 \\ 0,5 \end{pmatrix}; \quad \beta^{Lignine} = \begin{pmatrix} 0,333 \\ 0,333 \\ 0,333 \end{pmatrix} \quad (1.5)$$

Les trois constituants de la fibre sont considérés comme des matériaux ayant chacun un comportement hygro-mécanique différent. De plus, ils vont jouer un rôle dans les propriétés finales de la fibre naturelle. Il est donc important de connaître les propriétés hygro-mécaniques aux différentes échelles du composite, c'est-à-dire au niveau des constituants de la fibre végétale, puis au niveau des sous-couches, ensuite au niveau de la fibre et enfin au niveau du composite. Ce changement d'échelle au sein du composite s'effectue grâce aux modèles multi-échelles présentés dans le paragraphe suivant.

1.4 Les modèles multi-échelles

L'intérêt de l'approche multi-échelle réside dans la possibilité de modéliser le comportement macroscopique d'un matériau composite à partir de la connaissance du comportement microscopique de ses différents constituants. Ce chapitre présente tout d'abord les modèles issus de la littérature, puis ils seront confrontés entre eux mais aussi avec les contraintes imposées sur la modélisation lors de cette thèse, à savoir un modèle multi-échelle prenant en compte l'hygroscopie.

Les fibres végétales sont des matériaux hétérogènes naturellement hygroscopiques, dont le comportement mécanique est anisotrope. Au niveau microscopique, il apparaît un arrangement entre les trois principaux constituants de la fibre végétale (cellulose, hémicellulose, lignine) qui sera différemment interprété suivant l'approche utilisée pour la modélisation. Mais généralement, il est admis que la cellulose est entourée d'hémicellulose, qui elle-même est entourée de lignine (Figure 1.20) [45, 66] .

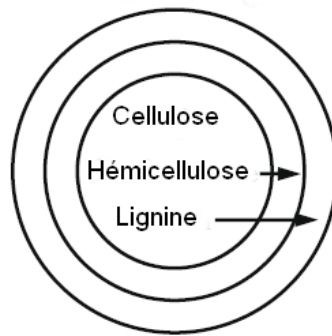


FIG. 1.20 – *Arrangement des constituants d'une fibre végétale [83]*

La modélisation multi-échelle du comportement des composites et des fibres peut se décomposer en deux grandes catégories :

- l'approche analytique,
- l'approche numérique.

1.4.1 Approche analytique

Les premiers modèles analytiques [84–86] considéraient que toutes les phases avaient un comportement isotrope et les grandeurs mécaniques calculées étaient donc le module d'élasticité E et le coefficient de Poisson ν , qui permettent de calculer le module de cisaillement G . Mais au fil des années, l'utilisation de plus en plus fréquente, dans l'industrie

du composite, de fibres de renfort en carbone ou en graphite présentant un comportement anisotrope, a remis en cause l'hypothèse d'isotropie des phases du composite.

Hashin [87] a été l'un des premiers à s'intéresser à l'anisotropie des fibres de synthèse. En faisant l'analogie mathématique (tableau 1.15) entre les matériaux avec renfort uniaxial isotrope et isotrope transverse, il a déterminé les propriétés mécaniques du matériau composite (E_L , E_T , ν_{LT} , G_{TT} , G_{LT} et ν_{TT}) en fonction des caractéristiques mécaniques de la matrice et de la fibre. A titre d'illustration, l'équation 1.6 donne le module d'élasticité longitudinal en fonction des caractéristiques de la matrice et des fibres. Il est aussi possible d'obtenir les coefficients d'expansion thermoélastiques (α_{ij}) [87, 88] et les coefficients de conduction, magnétiques et diélectriques [87].

Caractéristiques isotropes	Phases transverse isotropes	Phases
Module de compressibilité (MPa)	$k = \lambda + G$	k
Module de cisaillement (MPa)	G	G_T
Coefficient de Lamé (MPa)	λ	$k - G_T$
Module d'élasticité (MPa)	E	$\frac{(3k-G_T)*G_T}{k}$
Coefficient de Poisson	ν	$\frac{1}{2}(1 - \frac{G_T}{k})$

TAB. 1.15 – *Analogie entre les phases isotropes et isotropes transverses*

$$E_L = E_L x_f + E_L x_m + \frac{4(\nu_{LTf} - \nu_{LTm})(\frac{1}{k_m} - \frac{1}{k_f})x_f x_m}{(\frac{x_m}{k_f} + \frac{x_f}{k_m} + \frac{1}{G_{TTm}})} \quad (1.6)$$

La variable x correspond à la fraction volumique des constituants. Les indices m et f correspondent respectivement aux caractéristiques de la matrice et de la fibre.

L'équation 1.6 montre le lien entre les caractéristiques des phases isotropes présentées dans le tableau 1.15 et les propriétés mécaniques du composite, plus particulièrement dans ce cas, son module d'élasticité longitudinale.

Il faut noter que dans les travaux de Hashin [87], la géométrie retenue est un cylindre,

que le renforcement de la matrice par des fibres est uniaxial et que la fibre a un comportement anisotrope. De plus, les calculs du module de cisaillement G_T , du coefficient de Poisson ν_T et le module d'élasticité tangentiel E_T sont bornés, car les conditions limites sur le déplacement en cisaillement donne leur borne supérieure et celles sur les contraintes en cisaillement leur borne inférieure.

Le modèle à assemblage de cylindriques concentriques développé par Christensen [89], qui est une extension du modèle de Hashin [90], permet en fait de calculer explicitement le module de cisaillement G_T présenté précédemment. Le principe, illustré par la figure 1.21, consiste à considérer le composite renforcé de fibres végétales ou inorganiques comme un ensemble de cylindres concentriques ou de sphères concentriques, avec la fibre au centre. L'ensemble est entouré d'un milieu homogène ayant les mêmes propriétés que le composite. Les calculs analytiques, qui ont pour base le déplacement des frontières des cylindres concentriques correspondant aux différentes phases du composite, sont menés en coordonnées polaires ou sphériques suivant l'architecture du renfort et les champs de déplacement dépendent de ces conditions aux limites. Les phases du composite sont considérées isotropes ou isotropes transverses, et homogènes à l'échelle macroscopique.

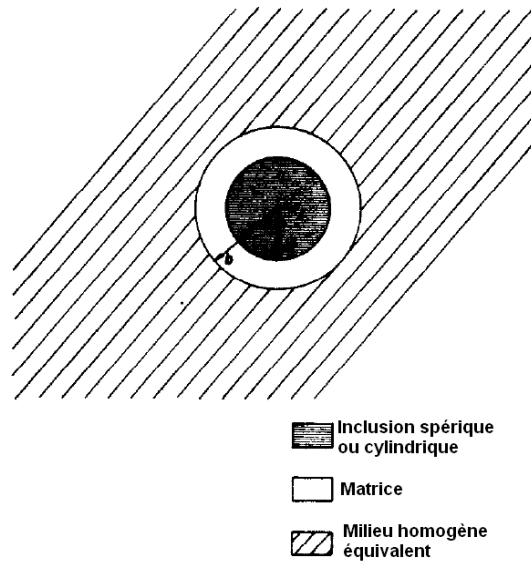


FIG. 1.21 – *Modèle à inclusion sphérique ou cylindrique [89]*

Le modèle de Hashin [87] a été précurseur des modèles contemporains comme celui de Christensen [89]. Mais le modèle d'Hashin n'est pas applicable au composite renforcé de fibres végétales car il ne prend pas en compte l'humidité et le calcul de certaines propriétés mécaniques comme le module de cisaillement G_T s'effectue grâce à des bornes. Le modèle

de Christensen [89] vient compléter cette lacune par le calcul des propriétés mécaniques présenté par Hashin[87]. Certes ces deux modèles peuvent être utiles que ce soit au niveau des constituants, des sous-couches ou bien de la fibre d'un point de vue mécanique, mais aucun de ces modèles ne prend en compte le caractère hydrophile du matériau.

Les fibres végétales, étant de plus en plus utilisées comme renfort dans les composites, ont, contrairement aux fibres de verre, des propriétés dépendantes directement des propriétés de leurs constituants à savoir la cellulose, l'hémicellulose, et la lignine, de leur fraction volumique respective, de la taille de leur lumen... Un paramètre important est l'orientation des microfibrilles de cellulose au sein des sous couches constituant la paroi cellulaire (paragraphe 1.2.1 et 1.2.2). Mais il faut aussi prendre en compte l'humidité relative qui influe sur la teneur en eau au sein de la fibre végétale.

Marklund et al. [69, 91] ont développé un modèle analytique multi-échelle (Figure 1.22) pour un composite à N-phases dont les constituants ont des propriétés orthotropes. Ce modèle prend en compte l'influence de l'humidité sur les différentes phases. La géométrie du modèle est basée sur celle de Hashin [87] et de Christensen [89], à savoir un assemblage de cylindres concentriques. De plus, les équations du comportement des cylindres correspondent à une approche généralisée de Christensen et Lo [89], qui consiste à étudier la continuité des déplacements et des contraintes aux interfaces ainsi que les conditions de pressions interne et externe. Le modèle de Hervé et Zaoui [92] se base sur ce même principe.

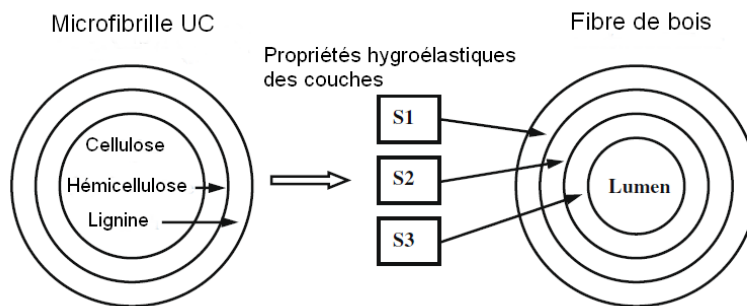


FIG. 1.22 – *Modèle multi-échelle en cylindres concentriques [69]*

Le but du modèle, présenté dans le premier article de Marklund et al [91], est d'analyser l'influence des propriétés des constituants et des paramètres géométriques sur les propriétés des composites renforcés de fibres végétales. Chaque phase est représentée par un cylindre suivant l'échelle à laquelle on se place. Au niveau microscopique, les différentes phases sont la cellulose, l'hémicellulose et la lignine. D'un point de vue mésoscopique, les différentes phases correspondent aux sous-couches S_1 , S_2 et S_3 , et à l'échelle macroscopique, la fibre de bois est représentée par un cylindre unique.

pique, le composite est constitué de la fibre, elle-même entourée de résine avec ou non la présence d'un lumen au milieu. Ce modèle permet de déterminer les constantes élastiques K_{23} , E_1 , ν_{12} , G_{12} , G_{23} , E_2 , ν_{23} . L'indice 1 désigne la direction longitudinale et les indices 2 et 3 correspondent aux directions du plan transverse de la fibre.

Dans un deuxième article, Marklund et Varna [69] détaillent une approche multi-échelle permettant de prendre en compte l'effet de l'humidité sur les propriétés mécaniques du composite et d'obtenir ainsi ses coefficients d'hygroexpansion (β_1 et β_2) à différentes échelles. L'association de ces deux articles ([91], [69]) permet de modéliser le comportement mécanique du composite ainsi que son comportement hygroscopique, et permet ainsi de déterminer, d'une part les propriétés élastiques de la fibre ou du composite en fonction de l'humidité relative du milieu, d'autre part les coefficients d'hygroexpansion de la fibre et du composite.

L'association de ces deux modèles présente plusieurs avantages, comme la prise en compte de l'effet de l'humidité relative, le fait que ce soit des modèles multi-échelles et qu'ils soient applicables au niveau microscopique comme au niveau macroscopique du composite. Le passage des propriétés hygro-mécaniques des sous-couches aux propriétés hygro-mécaniques de la fibre s'effectue en considérant que la paroi végétale est un stratifié dans lequel l'angle de chaque pli correspond à l'angle des microfibrilles au sein des sous-couches.

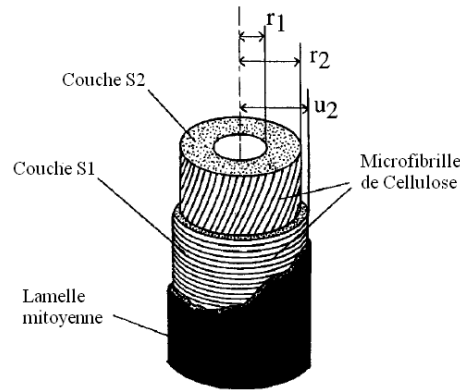


FIG. 1.23 – Modélisation d'une fibre de bois (généralisation du modèle de Barber) [93]

Un modèle similaire est présenté par Yamamoto [93] et Yamamoto et al [94]. Le comportement du bois dans les phases d'absorption et de désorption d'eau a été étudié en utilisant le modèle généralisé de Barber et al ([95] [96]) qui est aussi constitué de cylindres concentriques (Figure 1.23). Chaque phase est composée des microfibrilles de cellulose entourée d'une couche de lignine-hémicellulose isotrope. Ce modèle traite des propriétés

élastiques mais aussi des propriétés hygroscopiques car la variation de la teneur en eau dans la fibre est prise comme paramètre explicite. Mais il n'est utilisable qu'à partir de l'échelle mésoscopique, c'est-à-dire au niveau des sous-couches. Or il a été montré dans le paragraphe 1.3.3, que ce sont l'hémicellulose et la lignine qui prennent de l'eau dans la paroi végétale. Par ailleurs, ces deux constituants sont présents en quantité importante dans les sous-couches S_1 et S_3 .

Neagu et Gamstedt [83] ont développé un modèle de cylindres concentriques ayant des similitudes avec le modèle de Marklund et al [91]. La différence entre ces deux modèles vient de la modélisation à l'échelle microscopique c'est-à-dire au niveau des constituants de la fibre. Neagu et Gamstedt ont effectué une homogénéisation en deux temps à cette échelle, qui se base sur les modèles de cylindres concentriques développés par Hashin et Rosen [90] pour les phases isotropes et par Hashin [87] pour les phases anisotropes. Comme le montre la figure 1.24, la première étape de cette homogénéisation consiste à calculer les propriétés mécaniques des deux phases isotropes qui sont la cellulose et l'hémicellulose. Après l'obtention des propriétés de ce premier matériau équivalent, on rajoute autour de ce dernier la couche de lignine, ce qui permet de déterminer les propriétés mécaniques d'un deuxième matériau équivalent correspondant aux propriétés mécaniques d'une sous-couche.

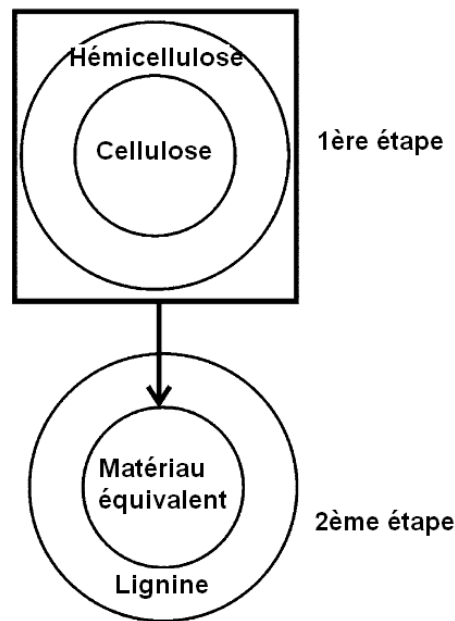


FIG. 1.24 – *Principe de l'homogénéisation en deux temps sur les constituants de la fibre végétale [83]*

Le bois a été modélisé par des cylindres concentriques (Figure 1.25) dont chaque phase

est orthotrope avec un repère local associé à l'orientation hélicoïdale des microfibrilles de cellulose. La réponse hygroélastique de l'ensemble est due à une charge asymétrique et la variation de la teneur en eau du bois est obtenue grâce aux déformations issues des forces appliquées sur la fibre. La réponse hygroélastique de la fibre de bois modélisée est validée par des expériences en environnement contrôlé. De plus, les résultats de cette modélisation sont validés par des simulations numériques par éléments finis et un modèle analytique ayant déjà prouvé son efficacité [97].

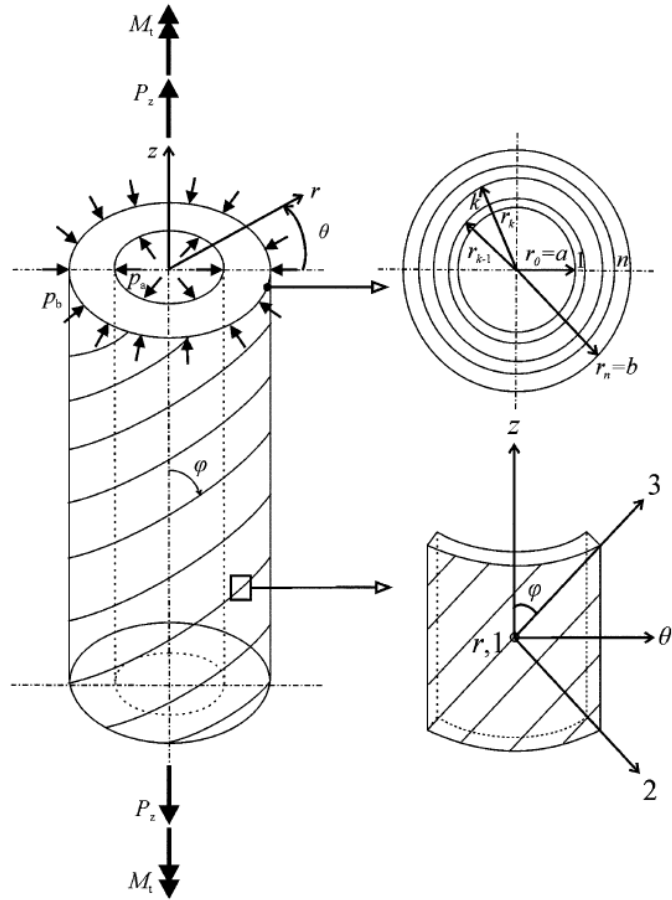


FIG. 1.25 – Modélisation d'une fibre de bois et conditions aux limites [83]

Comme le modèle de Marklund [69, 91], le modèle de Neagu est un modèle multi-échelle prenant en compte l'humidité, l'angle des microfibrilles. La seule différence est le choix d'une homogénéisation en deux temps sur la cellulose, l'hémicellulose et la lignine.

Les articles présentés précédemment se basent surtout sur les continuités aux interfaces des sous-couches. Dans sa thèse [98], Julien Mercier a développé un modèle basé sur des lois de comportement et la mécanique de l'endommagement à l'échelle mésoscopique.

Il a étudié le comportement hygro-élastique d'un composite époxy/verre en prenant en compte l'endommagement et le vieillissement, suite à une absorption d'eau au niveau du polymère. Son modèle permet de coupler ces deux phénomènes. Le but de ce modèle est de quantifier l'effet du vieillissement couplé ou non avec de l'endommagement par fissuration. Le vieillissement est dû à la diffusion d'eau dans le réseau moléculaire du matériau. Cette diffusion est caractérisée par les lois de Fick que nous rappellerons au paragraphe 2.3.2. Mercier [98] détermine, dans un premier temps, le coefficient de diffusion de l'eau dans le matériau étudié. Ensuite, il utilise la mécanique de l'endommagement et les lois de comportement avec trois cas de chargement (traction, compression, cisaillement). Afin de valider la modélisation analytique, des simulations numériques sont menées à l'aide d'un logiciel de modélisation d'éléments finis ZeBuLoN, comme décrit par la figure 1.26. Le premier calcul effectué permet la simulation de la diffusion hydrique au sein du matériau, grâce au coefficient de diffusion de l'eau déterminé expérimentalement et aux conditions aux limites imposées sur les surfaces. Après ce premier calcul, les champs de concentration en eau au sein du matériau sont obtenus, définissant ainsi les conditions de sollicitation du second calcul constituant la simulation mécanique. Les données de base de ce second calcul sont les propriétés mécaniques des matériaux, qui sont fonction de la concentration en eau et donc de l'humidité. Les résultats du calcul mécanique sont les champs de déformation et de contrainte au sein du composite en fonction de l'humidité.

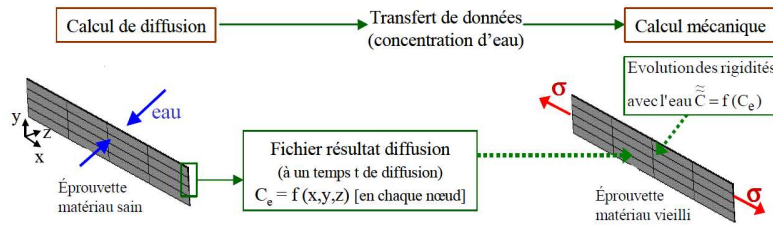


FIG. 1.26 – Schéma de principe des calculs couplés mécanique-diffusion [98]

L'inconvénient de ce modèle est qu'il s'intéresse aux phénomènes hygro-mécaniques à l'échelle mésoscopique, car l'échelle microscopique voit les hétérogénéités les plus fines présentes au sein du matériau. Mais il a l'avantage de coupler le comportement mécanique et le comportement hygroscopique et il est validé expérimentalement.

Benabou et Duchanois [99] ont travaillé sur un modèle analytique afin de prédire le comportement hygroélastique de l'OSB (Oriented Strand Board). L'OSB est un panneau comportant différentes couches de particules de bois orientées, que l'on peut assimiler à un stratifié (Figure 1.27).

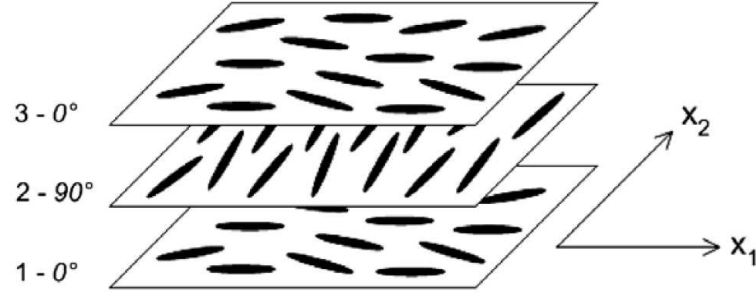


FIG. 1.27 – Modélisation de l'OSB comme un stratifié [99]

Le modèle de Benabou et Duchanois est ainsi un modèle qui se formule en deux étapes. Il est basé sur le même principe que le modèle de Mercier [98] : une couche de particules est d'abord modélisée puis, en s'appuyant sur la théorie des stratifiés, le comportement hygroélastique du panneau peut être prédit. Ce modèle est intéressant d'un point de vue mécanique et hygroscopique à l'échelle des sous-couches de la paroi végétale, car l'orientation des particules de bois dans le panneau est un paramètre explicite. Ce modèle peut aussi s'appliquer au niveau des constituants des sous-couches car l'arrangement de la cellulose, de l'hémicellulose et de la lignine peut être représenté par un stratifié avec des propriétés hygro-mécaniques différentes dans chaque pli mais pas la même orientation des microfibrilles.

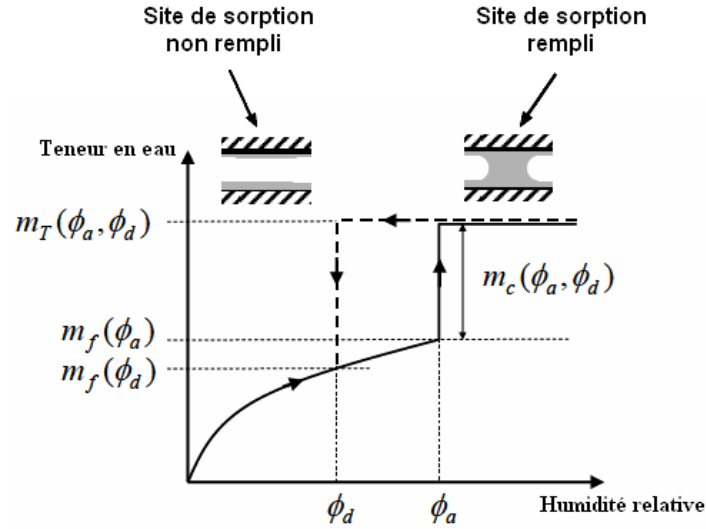


FIG. 1.28 – Comportement caractéristique d'un site d'hystérésis de sorption [100]

Les indices a et d correspondent respectivement à *absorption* et *désorption*.

Le modèle, purement hygroscopique, développé par D. Derome [100] est un modèle

d'hystérésis, basé sur le travail de Coasne et al. [101], qui prend en compte la présence d'un processus de formation d'un film dans des sites de sorption non remplis d'eau. Le bois est donc considéré comme un matériau poreux possédant plusieurs sites de sorption. La figure 1.28 décrit le comportement typique d'un site de sorption.

Lorsque l'humidité relative augmente, d'abord une monocouche d'absorption se produit, suivie par l'absorption multicouche qui forme un film d'épaisseur croissante. Le processus de formation de ce film est décrit par la fonction $m_f(\phi)$. Dès que l'humidité relative de saturation ϕ_a est atteinte, alors le site de sorption se remplit totalement par condensation capillaire, résultant en un saut $m_c(\phi_a, \phi_d)$ allant de la teneur en eau $m_f(\phi_a)$ à une teneur en eau $m_T(\phi_a, \phi_d)$ (Figure 1.28).

Grâce à différentes intégrations des domaines des sites de sorption remplis (Ω) et des sites vides (Γ) (Figure 1.29), une nouvelle fonction de distribution a été mise en place.

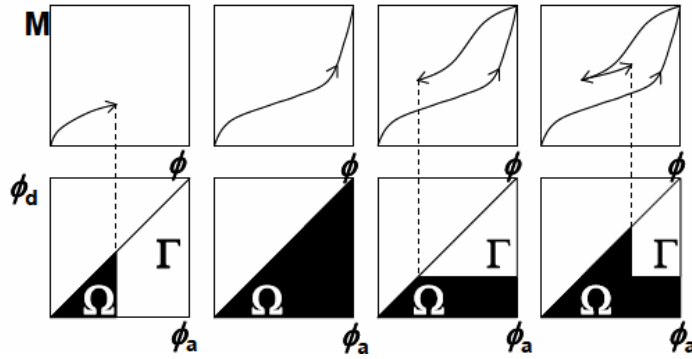


FIG. 1.29 – Schéma de la sorption et de la désorption en eau au sein du matériau poreux. ϕ_d et ϕ_a représentent respectivement les humidités relatives de désorption et de absorption - Ω : sites de sorption remplis, Γ : sites vides [100]

Ce modèle est intéressant dans la compréhension de l'absorption d'eau au sein de la fibre végétale, considéré comme un matériau poreux. Par ailleurs, il peut être utilisé pour la construction des courbes d'absorption comme celle de Fick.

Le modèle a été validé par l'analyse de la variation de la teneur en eau dans différents échantillons de bois, conditionnés à différentes humidités relatives. Le modèle montre une bonne corrélation avec les données expérimentales obtenues dans les directions longitudinale, radiale et tangentielle de l'échantillon.

L'approche analytique contribue fortement à la prédiction du comportement des fibres végétales et des composites, mais de plus en plus, des modèles numériques se développent, ce qui permet une meilleure compréhension du comportement à différentes échelles des matériaux.

1.4.2 Approche numérique

Au niveau microscopique, tous les auteurs, par exemple Preston [44], Fengel [45], s'accordent à dire que la cellulose est entourée d'hémicellulose qui est elle-même entourée de lignine (Figure 1.30). Deux grands types de géométrie existent pour l'arrangement de ces constituants : le modèle rectangulaire et le modèle circulaire (exploité principalement pour l'approche analytique).

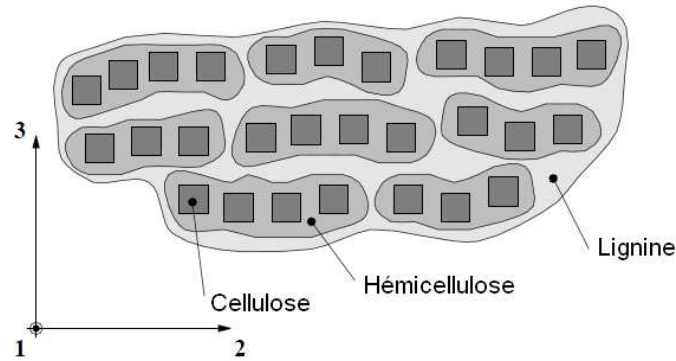


FIG. 1.30 – Schéma de l'organisation des 3 constituants principaux du bois [37]

Au niveau des sous-couches et de la fibre, le modèle hexagonal est le plus communément employé (Figure 1.31).

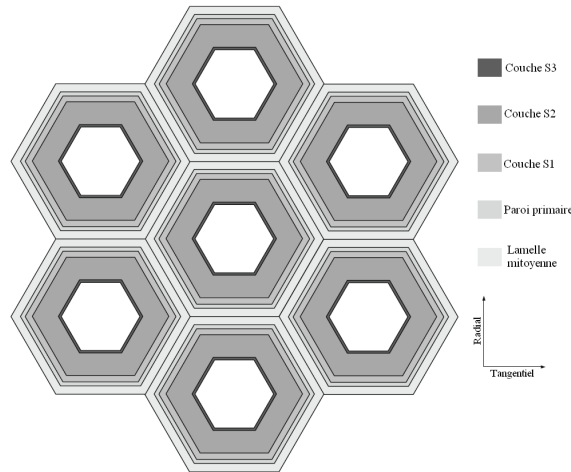


FIG. 1.31 – Géométrie hexagonale de cellules végétales [102]

Dans sa thèse, Kent Persson [37] utilise un modèle multi-échelle en partant des constituants pour arriver à la fibre de bois. Une première homogénéisation permet d'obtenir les propriétés équivalentes des sous-couches, puis dans un deuxième temps, en utilisant une géométrie hexagonale, les propriétés mécaniques des fibres et du bois sont déterminées.

La figure 1.32 montre les différentes étapes de la modélisation développée par Persson. La première étape de cette modélisation se situe donc à l'échelle microscopique, c'est-à-dire au niveau des constituants biochimiques de la fibre végétale.

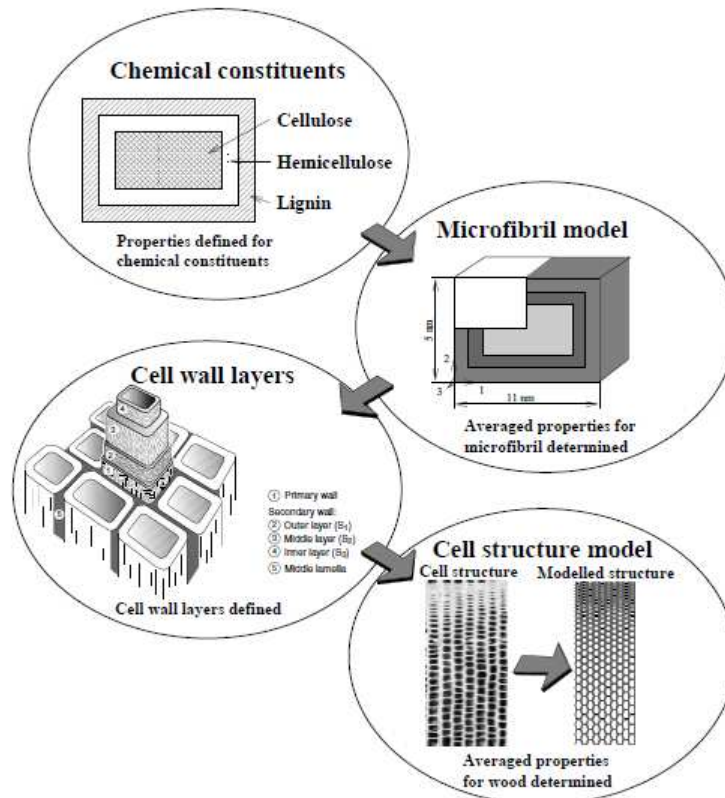


FIG. 1.32 – Schéma des différentes étapes utilisées pour déterminer les propriétés équivalentes du matériau [37]

Au niveau de la microfibrille, deux géométries ont été retenues à savoir celle de Preston et celle de Fengel (Figure 1.33). La géométrie ainsi choisie, il est possible de déterminer les propriétés mécaniques des différentes couches (lamelle mitoyenne, paroi primaire, S_1 , S_2 et S_3) par homogénéisation. Et enfin par changement d'échelle, il est possible d'obtenir les propriétés d'une fibre végétale composée des différentes sous-couches puis par répétition de cette fibre végétale, Persson obtient les propriétés mécaniques d'un cerne de bois.

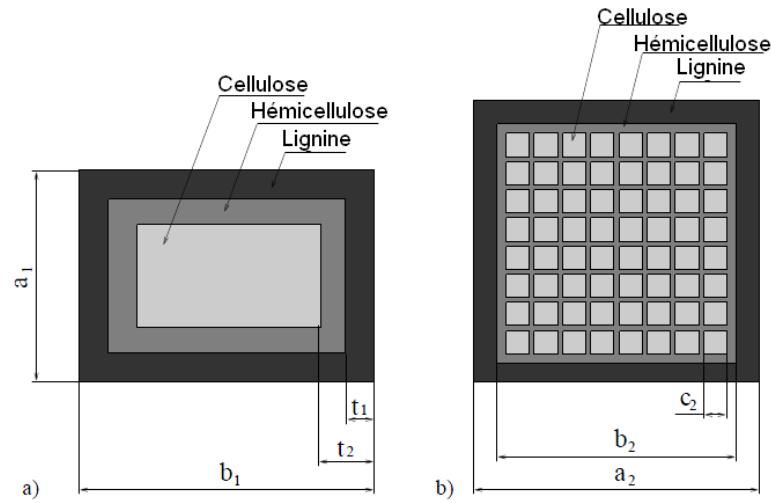


FIG. 1.33 – Modèles simplifiés de la microfibrille, a): Preston [44], b): Fengel [103]

Une fois la géométrie choisie aux différentes échelles, l'objectif est ensuite de déterminer un VER équivalent à cette microstructure. Que ce soit sur une géométrie reconstruite à partir d'images réelles obtenues par microscopie ou une géométrie hexagonale, il y a comme pour l'approche analytique, trois niveaux à considérer :

- celui de la microfibrille,
- celui des sous-couches,
- celui de la fibre.

Pour Persson, l'élément basique de la fibre est la microfibrille, qui se compose de cellulose, d'hémicellulose et de lignine. Une microfibrille est supposée être une répétition d'unités d'égale taille, représentée par la figure 1.33. L'organisation des trois constituants de la cellule végétale n'est pas entièrement connue, mais l'étude de Salmén et Fahlen [104], basée sur des images AFM (Atomic Force Microscopy) de cellules de bois (Figure 1.34), montre que la figure 1.32.a semble plus correcte que la figure 1.32.b. Les fractions volumiques des constituants étant différentes d'une sous-couche à une autre, l'élément de base de chaque sous-couche n'aura donc pas les mêmes dimensions. Les différents paramètres a_1 , b_1 , t_1 , t_2 pour le modèle de Preston et a_2 , b_2 , c_2 pour le modèle de Fengel sont déterminés par les fractions volumiques de la cellulose, de l'hémicellulose et la lignine pour le bois, qui sont respectivement de 49%, 27% et 24% au sein de la couche S_1 , et de 20%, 15% et 65% dans les couches S_2 et S_3 . Puis par une homogénéisation par éléments finis, il est possible de déterminer les propriétés mécaniques équivalentes des couches.

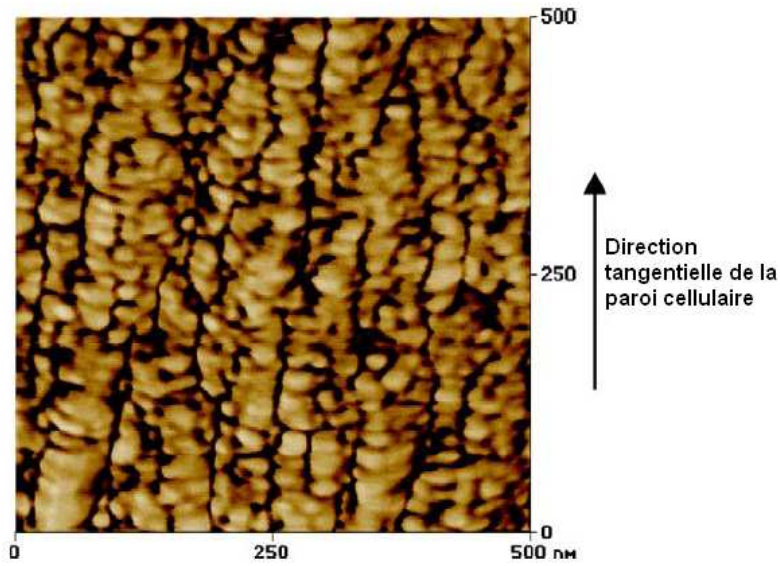


FIG. 1.34 – Image AFM d’une section transversale de la paroi secondaire d’une fibre d’Epi-céa. Des granulats de cellulose d’environ 20nm, arrangés comme des lamelles dans la direction tangentielle, peuvent être distingués [104]

Le même principe d’homogénéisation est utilisé pour obtenir les propriétés de la paroi cellulaire. Il s’agit de créer un stratifié de deux demi-cellules ($S_3 - S_2 - S_1 + P + LM/2 - LM/2 + P + S_1 - S_2 - S_3$), P étant la paroi primaire et LM la lamelle mitoyenne avec les angles des microfibrilles associés à chaque couche (Figure 1.35).

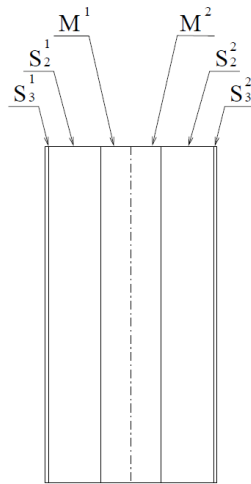


FIG. 1.35 – Stratifié de deux demi cellules [37]

La figure 1.36 présente un modèle réel 2D proposé aussi par Persson [37], à partir des images microscopiques de cellules de bois.

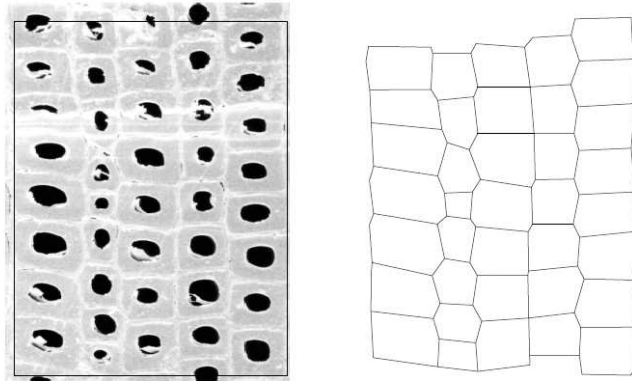


FIG. 1.36 – *Structure d'un bois d'été, à gauche: image MEB du bois, à droite: structure modélisée [37]*

La détermination des propriétés de la structure cellulaire est effectuée par l'homogénéisation du modèle hexagonal obtenu précédemment et répété comme le montre la Figure 1.37.c. Les expériences réalisées dans le cadre de la thèse de Persson [37] montrent une bonne corrélation avec les résultats de la modélisation.

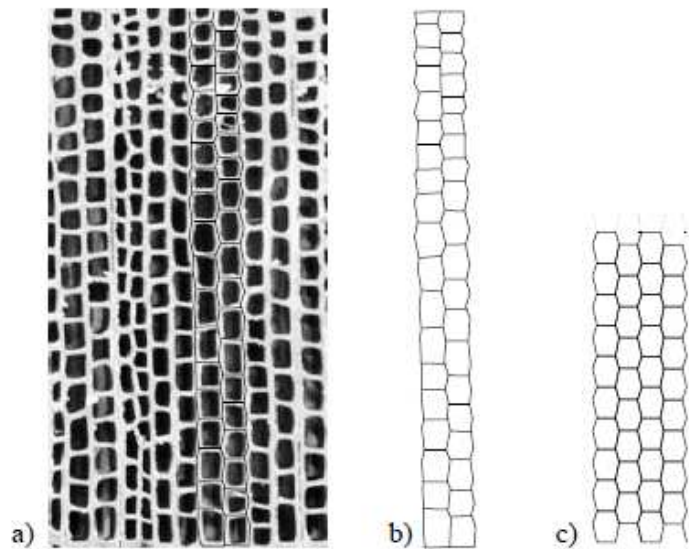


FIG. 1.37 – *Organisation de la structure cellulaire, à gauche: image MEB de la structure cellulaire, au centre: exemple de structure modélisée par des hexagones irréguliers, à droite: exemple de structure modélisée par des hexagones réguliers [37]*

Le modèle développé par Kent Persson a l'avantage d'être un modèle multi-échelle en partant des propriétés hygro-mécaniques de la cellulose, de l'hémicellulose et de la lignine

pour obtenir les propriétés hygro-mécaniques du bois, en prenant en compte l'angle des microfibrilles, la fraction volumique des constituants de la paroi végétale au sein de chaque sous-couche et surtout deux géométries distinctes, une géométrie idéale et une géométrie réelle.

Mishnaevsky et Qing [102] ont représenté la fibre comme un hexagone régulier (Figure 1.38), dont chaque couche est un composite renforcé de microfibrilles de cellulose, en reprenant les travaux de Barber [95]. Cette unité de base est répétée afin de modéliser un faisceau de fibres. Les propriétés élastiques des sous-couches sont obtenues grâce aux équations de Halpin-Tsai [105]. Les bases de l'homogénéisation sont les propriétés mécaniques de la cellulose, de l'hémicellulose et de la lignine ainsi que l'angle des microfibrilles dans chaque sous-couche. Deux cas de figure ont été utilisés pour les angles de microfibrilles (Figure 1.39), on considère que soit l'arrangement des microfibrilles au sein de la couche S_3 forme une Z-hélice avec un angle $+\theta$ (Figure 1.8) ou soit cet arrangement forme une S et Z-hélice avec un angle $\pm\theta$. Ainsi après homogénéisation, on obtient les propriétés de sous-couches dans le repère de la fibre après changement de repère grâce aux différents angles de microfibrilles.

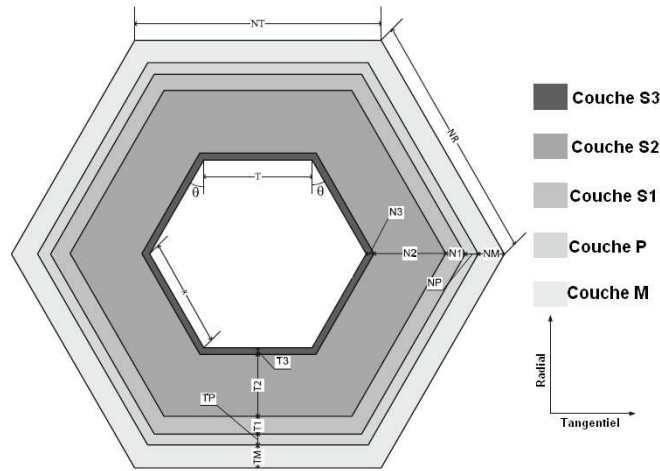


FIG. 1.38 – *Caractéristiques géométriques du VER [102]*

La géométrie de la cellule végétale retenue est un hexagone régulier, présentée par la figure 1.38. Les longueurs NT, NR, NM, N1, N2, N3, T1, T2, T3 sont différents paramètres d'entrée. Puis une série de simulations numériques obtenues avec les codes PATRAN et ABAQUS permettent de définir les propriétés de la fibre, et lorsque le VER est répété, les propriétés mécaniques du faisceau de fibres sont donc obtenues par homogénéisation.

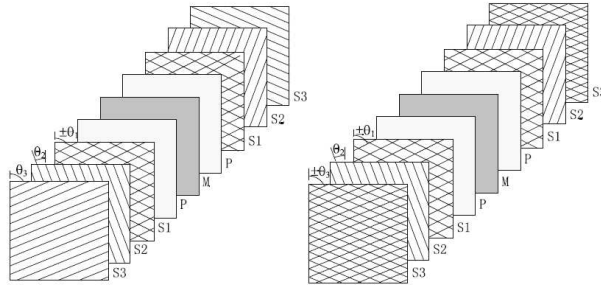


FIG. 1.39 – *Configuration d'organisation de la paroi cellulaire, à gauche: microfibrilles dans S_3 représentées par une hélice Z, à droite: microfibrilles dans S_3 représentées par des hélices Z et S [102]*

Un deuxième article de Mishnaevsky et al. [106] complète cette modélisation en prenant en compte l'humidité du milieu. Ce modèle multi-échelle permet donc de définir l'effet de l'humidité sur les propriétés élastiques équivalentes de la fibre élémentaire et du faisceau de fibres. La simulation numérique est effectuée sous ABAQUS en utilisant l'analogie entre les équations de diffusion et celles de la thermique.

1.4.3 Le choix des modèles

Il a été montré que les approches analytiques et numériques permettent de prendre en compte le couplage ou non des comportements mécanique et hygroscopique. Les différents modèles présentés dans ce paragraphe ont tous des avantages et des inconvénients. D'un point de vue analytique et numérique, les caractères anisotrope et hydrophile des fibres végétales ne peuvent être négligés (paragraphe 1.3). Les critères de choix pour le modèle analytique sont les suivants : il faut que le modèle choisi soit un modèle multi-échelle dont la plus petite échelle est celle des constituants de la fibre végétale. Il faut aussi que ce modèle prenne en compte l'influence de l'humidité sur les propriétés mécaniques du matériau et que les données d'entrée de la modélisation intègrent les fractions volumiques de la cellulose, de l'hémicellulose et de la lignine au sein de chaque sous-couche ainsi que l'angle des microfibrilles dans les sous-couches.

A noter que quel que soit le modèle analytique choisi, la géométrie de base reste restreinte pour l'instant aux cylindres concentriques. Il y a deux modèles analytiques qui répondent à ces critères, le modèle développé par Marklund et al. [69, 91], et celui de Neagu et Gamstedt [83]. La différence entre ces deux modèles est l'interprétation de l'arrangement des constituants de la fibre végétale. Dans les articles de Marklund et al., chaque sous-couche est un assemblage de trois cylindres concentriques (Figure 1.22), et leurs propriétés hygro-mécaniques sont directement déterminées à partir des propriétés

hygro-mécaniques de la cellulose, l'hémicellulose et la lignine. Dans l'article de Neagu, les propriétés de chaque sous-couche sont obtenues par une homogénéisation en deux temps en considérant tout d'abord la cellulose entourée d'hémicellulose, et dans un deuxième temps en considérant cet ensemble entouré de lignine. Le modèle adopté ici est celui de Marklund et al. [69, 91] car ce modèle est basé sur des conditions aux limites aux interfaces et bords intérieur et extérieur, et qu'il ne nécessite pas d'homogénéisation. La deuxième partie du modèle analytique, dont les résultats seront comparés à ceux du modèle numérique, est basée sur une approche de la superposition de sollicitations de traction longitudinale, de pression interne ou externe et de torsion. Dans cette partie, le comportement mécanique de la fibre est supposé à symétrie monoclinique, hypothèse qui induit 13 constantes d'élasticité indépendantes.

Quant à l'approche numérique, le modèle hexagonal donne des résultats satisfaisants en comparaison aux expérimentations [102, 106], même si la plupart des fibres végétales n'ont pas un arrangement parfait de leur cellule [37]. C'est pour cela que le choix de réaliser une géométrie idéale en cylindres concentriques pour l'assemblage des constituants et une géométrie réelle de fibres élémentaires de lin à partir d'images microscopiques est adopté dans la suite de ce travail. De plus, la modélisation numérique envisagée sera volumique et non surfacique comme l'a effectué Persson [37], car grâce à la géométrie volumique il est possible de prendre en compte la décohésion entre deux fibres élémentaires.

Les modèles analytique et numérique utilisés dans la thèse nécessitent certaines données de base, comme les fractions volumiques de la cellulose, de l'hémicellulose et de la lignine dans les sous-couches S_1 , S_2 et S_3 (issues de la littérature), et le coefficient de diffusion de l'eau dans le lin pour différentes humidités relatives (obtenu expérimentalement). Le chapitre 2 présente le protocole expérimental et les résultats pour la détermination du coefficient de diffusion des fibres de lin et du composite, mais aussi la détermination du pourcentage de cellulose, d'hémicellulose et de lignine dans le lin. Et enfin, des essais de traction à différentes humidités relatives seront présentés au niveau de la fibre de lin et du composite afin de valider les valeurs du module d'élasticité longitudinal obtenues par modélisation.

Chapitre 2

Caractérisation biochimique, hygroscopique et mécanique des fibres végétales et du composite

Sommaire

2.1	Présentation des matériaux utilisés	62
2.1.1	Présentation de la fibre de lin	62
2.1.2	Polyester insaturé	67
2.1.3	Protocole de fabrication d'une plaque composite	68
2.2	Détermination du taux des constituants du lin	70
2.2.1	Protocole	70
2.2.2	Résultats des expériences	71
2.3	Caractérisation des propriétés hygroscopiques du lin et du composite	71
2.3.1	Présentation du protocole d'expérience pour les fibres de lin et le composite	71
2.3.2	Modélisation de la diffusion	73
2.3.3	Résultats obtenus sur la fibre de lin	79
2.3.4	Résultats obtenus sur le composite	85
2.4	Essais de traction à différentes humidités relatives	89
2.4.1	Protocole d'essai de traction	89
2.4.2	Résultats obtenus sur la fibre élémentaire	91

Ce chapitre est consacré à la présentation des matériaux utilisés dans cette thèse, à savoir le lin et le polyester insaturé, ainsi qu'à leur caractérisation physico-chimique. Ce chapitre présente aussi le protocole mis en place pour la détermination de la diffusion de l'eau au sein des matériaux étudiés et ainsi que sur les essais en traction menés dans ce travail. Dans chaque cas, la fibre élémentaire est considérée en premier puis le composite est étudié. La détermination de leurs propriétés hygro-mécaniques s'effectue grâce à des essais de traction et à l'utilisation de micro-enceintes climatiques permettant d'obtenir un coefficient moyen de diffusion de l'eau des matériaux étudiés.

2.1 Présentation des matériaux utilisés

2.1.1 Présentation de la fibre de lin

Le lin étudié a été fourni par l'entreprise Safilin basée dans le Nord de la France [107]. Le lin est une plante annuelle de la famille des Linacées, la plus répandue des espèces est la *Linum usitatissimum*. La plante est constituée d'une tige et à son extrémité de fleurs bleues en général. La tige de lin est constituée de différents éléments de la périphérie au centre (Figure 2.1) :

- l'épiderme,
- le cortex ou écorce qui assure le rôle de protection de la plante par rapport aux attaques extérieurs,
- le phloème qui contient les faisceaux de fibres,
- le cambium qui produit le bois permettant le maintien de la plante,
- le xylème constitué par le bois produit par le cambium,
- la lacune qui est la partie creuse de la tige, permet la circulation de la sève.

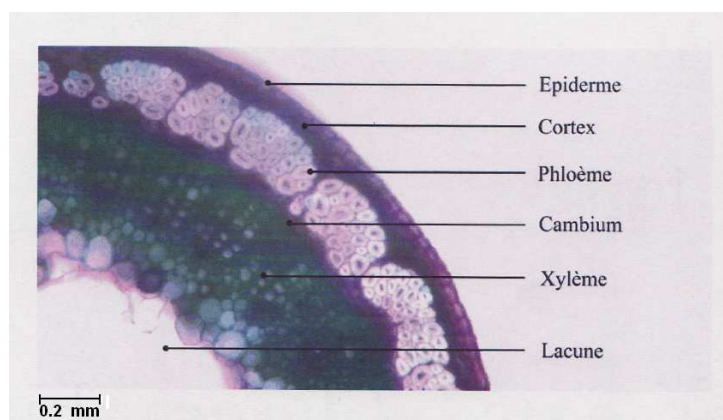


FIG. 2.1 – Image optique de la coupe d'une tige de lin [108]

Le lin a une croissance assez rapide (environ une centaine de jours) et sa culture s'étale de mars à juillet. L'extraction des fibres de lin commence en août et s'effectue grâce à différents procédés qui ont chacun un rôle important dans l'obtention de fibres élémentaires :

- l'arrachage,
- le rouissage qui permet d'éliminer l'écorce ainsi que les ciments pectiques qui soudent les faisceaux de fibre au bois de la tige,
- le teillage qui consiste à extraire les morceaux de bois du xylème contenus à l'intérieur des tiges et à éliminer les fibres courtes,
- le peignage qui dénoue et aligne les faisceaux tout en enlevant les fibres courtes restantes, divisant ainsi les faisceaux en fibres techniques et fibres élémentaires pour obtenir un ruban continu.

L'étape de rouissage pour l'extraction des fibres est importante, car il a un impact sur les propriétés mécaniques finales de la fibre de lin. Il existe différents types de rouissage :

- le rouissage sur le champ, en laissant le lin à même le sol pendant plusieurs semaines. Mais cette méthode est tributaire du temps. De plus, même si le vent est nécessaire pour le séchage, dès qu'il y en a trop, les fibres de lin sont transportées de part et d'autre du champ,
- le rouissage à l'eau, dans une rivière ou une cuve. Ce type de rouissage a été interdit en Europe dans les années 80 pour des raisons environnementales car l'eau prenait une couleur rousse et une odeur nauséabonde se dégageait à cause de la décomposition bactérienne. Etant donné qu'il est difficile de connaître le moment exact où le rouissage se finit, les fibres rouies étaient généralement sorties plus tôt.

Le type de rouissage utilisé pour le lin étudié est le rouissage sur le champ.

Il est possible de décrire la fibre de lin à différentes échelles comme le montre la figure 2.2.

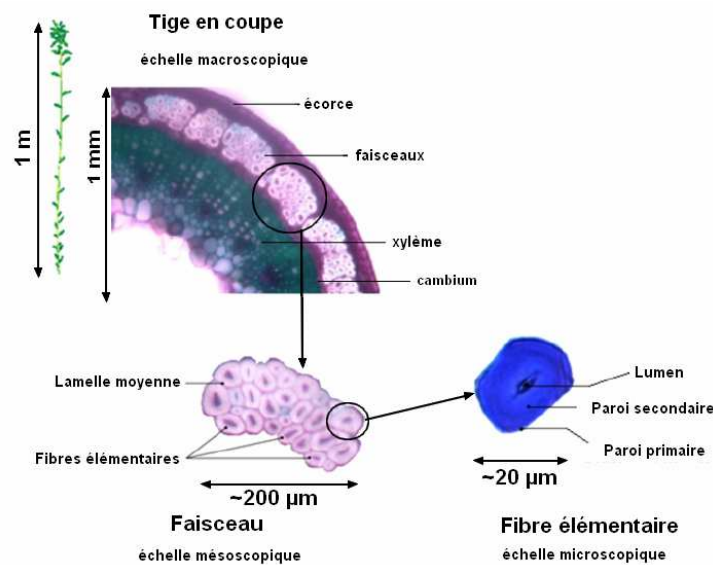


FIG. 2.2 – Structure du lin de la plante aux microfibrilles de cellulose [109]

Tout d'abord, la tige de lin pouvant mesurer jusqu'à 1 mètre de hauteur, puis à l'échelle macroscopique, il est possible de distinguer les éléments décrits à la figure 2.1. A l'échelle mésoscopique, on distingue les faisceaux ou fibres techniques ainsi que la lamelle mitoyenne. Enfin, les sous-couches ainsi que le lumen sont observables à l'échelle microscopique.

2.1.1.1 Le faisceau ou fibres techniques

Le faisceau mesure environ une dizaine de centimètre de longueur regroupant une quarantaine de fibres liées par la lamelle mitoyenne (Figure 2.3)[5].

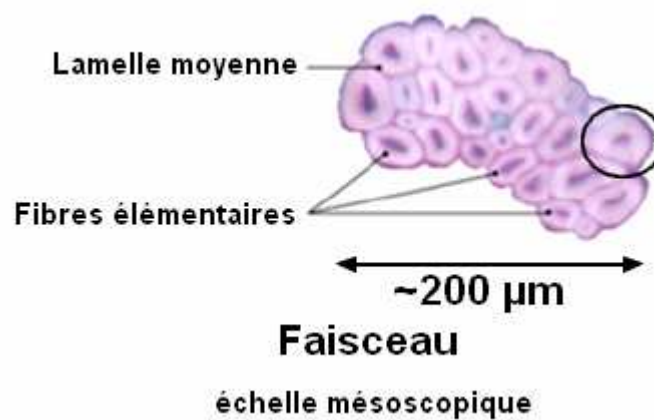


FIG. 2.3 – Structure du lin à l'échelle mesoscopique

2.1.1.2 La fibre élémentaire

La fibre élémentaire est un matériau composé de différentes sous-couches plus ou moins cylindriques (Figure 2.4).

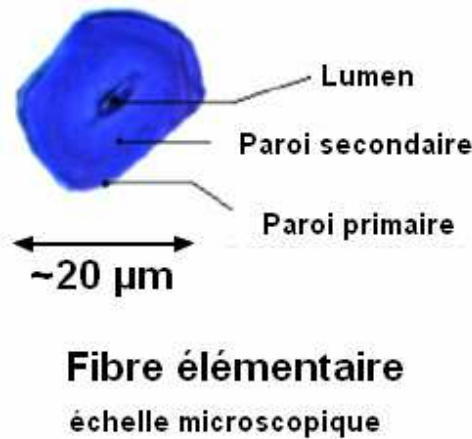


FIG. 2.4 – Structure du lin à l'échelle microscopique

Une fibre de lin mesure entre 4 à 80 mm de longueur et un diamètre moyen de 20 μm [6]. Grâce à ces dimensions, il est possible de déterminer un facteur de forme qui est un critère à l'utilisation des fibres végétales en tant que renfort dans les composites, car suivant la valeur de ce facteur, il y aura une surface de contact plus ou moins importante entre la fibre et la matrice. Par exemple, plus ce facteur de forme est faible, plus la surface de contact est faible ce qui entraîne un mauvais transfert de charge entre fibres et matrice. Le tableau 2.1 donne le facteur de forme pour différentes fibres végétales.

Fibres	Longueur (mm)	Diamètre (μm)	Facteur de forme L/d	Références
Lin	4-80	5-80	1700	[52, 55, 56]
Chanvre	5-55	10-51	1000	[52, 56]
Ramie	40-250	16-126	2500	[52]
Sisal	0,8-8	7-47	100	[56]

TAB. 2.1 – Facteur de forme pour différentes fibres végétales

Comme il a été montré dans le premier chapitre et comme le montre la figure 2.4, différentes sous-couches composent la fibre de lin. Tout d'abord, la paroi primaire, dont l'épaisseur est comprise entre 0,1 et 0,5 μm [39, 40], est constituée principalement de pectines et de lignine. La paroi secondaire est composée de trois sous-couches, la sous-couche S_1

avec une épaisseur comprise entre 0,5 et 2 μm , la sous-couche S_2 avec une épaisseur comprise entre 5 et 10 μm et la sous-couche S_3 avec une épaisseur comprise entre 0,5 et 1 μm [44, 110–112]. Ces sous-couches se différencient par leur composition biochimique ainsi que par l'orientation des microfibrilles (10° pour la couche S_2). Mais chaque sous-couche est constituée de microfibrilles de cellulose dans une matrice amorphe de pectines liées par une interface constituée d'hémicellulose comme le montre la figure 2.5. Comme les propriétés mécaniques des pectines sont peu connues, elles ne seront pas intégrées dans la modélisation.

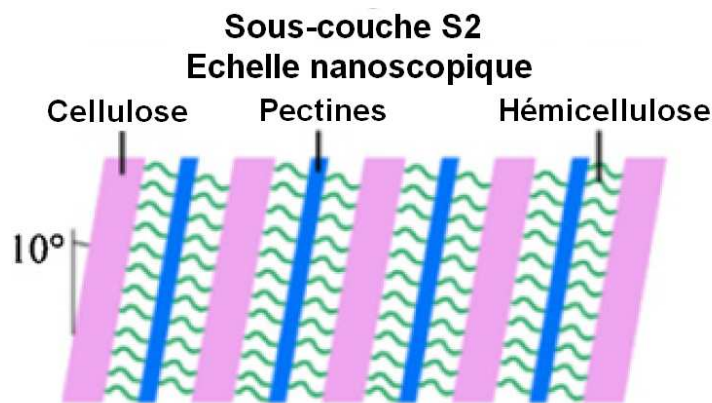


FIG. 2.5 – Structure du lin à l'échelle nanoscopique [109]

2.1.1.3 Composition biochimique et propriétés mécaniques de la fibre de lin

La composition biochimique du lin varie d'une espèce à une autre mais aussi d'une surface de culture à une autre car la composition du sol peut être différente. Le tableau 2.2 donne les pourcentages des principaux constituants du lin trouvés dans la littérature, et évalués par les méthodes de Van Soest and Wine [113–115].

Cellulose	Hémicellulose	Lignine	Pectine	Autres (cires, eau...)	Référence
64,1	16,7	2	1,8	15,4	[49]
64	17	2	2	14,5	[56]
65	16	2,5	3	13,5	[116]
68	10-15	3-5	2-5	11,5-12,5	[117]
71	10	3		16	[118]
74	14	3		9	[61]
74	21	2		6	[119]

TAB. 2.2 – Composition biochimique d'une fibre de lin (%)

Chaque constituant joue un rôle différent au sein de la fibre. Par exemple, la cellulose donne la rigidité à la fibre de lin d'un point de vue mécanique.

L'intérêt des fibres végétales en remplacement des fibres de verre vient de leur compétitivité d'un point de vue mécanique, comme décrit dans le tableau 1.1 du chapitre 1 qui donne le module spécifique de différentes fibres végétales comparé à celui du verre.

Les propriétés mécaniques de la fibre de lin peuvent varier d'une espèce à une autre, et sont données dans le tableau 2.3. Les causes de l'importante dispersion de ces valeurs sont multiples. Tout d'abord, les essais mécaniques sont difficiles à réaliser à cause des faibles dimensions de l'échantillon. De plus, on ne peut utiliser un extensomètre afin d'évaluer le déplacement de la fibre, ce qui apporte une incertitude sur ses valeurs. On peut aussi citer comme cause de cette disparité de valeur lors d'essais de traction, les conditions expérimentales comme l'humidité, la température ainsi que des paramètres liés aux propriétés de l'échantillon comme le placement dans les mors, le diamètre non constant de l'échantillon, la variété, la biocomposition, le nombre de défauts présents...

A(%)	$\sigma_{rupture}$ (MPa)	E (GPa)	Référence
2,7-3,2	345-1035	27,6	[49]
1,5-2,5	600-1100	45-100	[120]
1,4	600-1500	50-80	[9]
1,8	900	50	[8]
1-4	600-2000	12-85	[5, 56]

TAB. 2.3 – *Propriétés mécaniques du lin issues de la littérature*

2.1.2 Polyester insaturé

Le polyester insaturé, qui est une résine thermodurcissable, a été choisi comme matrice afin d'éviter l'exposition de la fibre de lin à des flux thermiques trop importants [121, 122]. En effet, la post-cuisson du polyester insaturé ne nécessite pas une température supérieure à 100°C, ce qui permet de ne pas détériorer la fibre de lin qui conserve alors de bonnes propriétés mécaniques. Les polyesters insaturés sont les résines les plus utilisées dans les matériaux composites [123]. Le polyester insaturé est constitué de trois composants :

- une résine polyester non saturée ;
- un monomère insaturé et réactif, généralement du styrène ;
- un inhibiteur assurant la stabilité de la résine pendant son stockage.

L'obtention du polyester insaturé nécessite plusieurs étapes. Tout d'abord, on obtient un polyester insaturé par réaction chimique d'époxydes, puis on dilue ensuite ce poly-

ester dans un monomère réactif et enfin une polymérisation se réalise ce qui entraîne la formation d'un réseau tridimensionnel par réticulation. Lors de la mise en œuvre du polyester insaturé seul ou comme matrice dans un composite, un accélérateur y est ajouté afin d'augmenter la cinétique de copolymérisation de la résine, dans le cas présent, le catalyseur utilisé est le Luperox[®] [124].

La différence entre un polyester saturé et un polyester insaturé se situe au niveau moléculaire avec la présence d'une double-liaison carbone-carbone pour le polyester insaturé, bloquant le mouvement des chaînes moléculaires entre elles. C'est cette différence moléculaire qui donne au polyester insaturé son caractère thermodurcissable, car il y a eu réticulation des chaînes, et au polyester saturé son caractère thermoplastique.

Le polyester insaturé utilisé, Norsodyne[®] G 703, a été fourni par l'entreprise Cray Valley [125] basée dans le Pas de Calais. Le tableau 2.4 donne les propriétés du polyester insaturé communiquées par le fournisseur [126].

Propriétés	Valeurs
Résine non durcie	
Masse volumique à 20°C (ρ)	1,08 g/cm ³
Viscosité (25°C)	3,2 dPa.s
Résine durcie	
Masse volumique à 20°C (ρ)	1,17g/cm ³
Propriétés mécaniques	
Contrainte de rupture (σ_R)	70 MPa
Allongement à la rupture (A%)	2,2%
Module d'élasticité (E)	3600 MPa

TAB. 2.4 – *Propriétés du polyester insaturé durci et non durci [126]*

2.1.3 Protocole de fabrication d'une plaque composite

Préalablement à la fabrication d'une plaque composite, le lin utilisé en tant que renfort, est grossièrement cousu comme le montre la figure 2.6, afin d'éviter une trop forte dispersion des fibres dans le composite lors de la mise sous presse et mais aussi afin d'essayer de garder les fibres alignées. Le lin n'a subi aucun traitement thermique ni séchage.

La matrice utilisée est donc le polyester insaturé, Norsodyne[®] G 703 adjuventé d'un catalyseur, le Luperox[®], qui représente 1% de la masse totale de la matrice. Le taux massique de fibres au sein du composite a été fixé à 30%.



FIG. 2.6 – *Présentation du lin grossièrement cousu et mis dans le moule*

Le moule utilisé pour la fabrication des plaques de matériau composite a été réalisé pour cette thèse, il mesure 300 mm * 300 mm et permet de fabriquer des plaques de 2 mm d'épaisseur au minimum. Il est préalablement ciré afin de faciliter le démoulage de la plaque. La nappe unidirectionnelle de fibres est alors déposée. Le mélange résine-catalyseur est ensuite versé sur la nappe de lin, puis la préparation est recouverte du contre-moule ciré muni des orifices permettant au trop plein de résine de s'écouler. De plus, il faut prendre en compte, lors de cette mise en œuvre, le problème d'apparition de bulles, qui engendre une certaine porosité d'environ 10% au sein du composite. Le moule est alors placé dans la presse chauffante (Figure 2.7). La pression appliquée est de 130 bar pour une température de chauffe de 80°C pendant 2 h. Par la suite, le moule refroidit à température ambiante. Et enfin la plaque démoulée peut être découpée à l'aide d'un disque diamant, pour obtenir des éprouvettes de dimension $50*20*2\text{ mm}^3$ pour les expériences d'absorption.



FIG. 2.7 – *Installation du moule dans la presse chauffante. (1) plaques chauffantes de la presse, (2) contre-moule, (3) moule*

2.2 Détermination du taux des constituants du lin

Comme expliqué dans le chapitre précédent, la fibre de lin est constituée de cellulose, de lignines, d'hémicelluloses et de pectines. La connaissance des différents taux de ces constituants est intéressante d'un point de vue mécanique, car cette biocomposition influe sur les propriétés mécaniques de la fibre. Le but du paragraphe suivant est donc de présenter la méthode utilisée pour déterminer la biocomposition du lin (cellulose, hémicellulose et lignine) ainsi que les résultats obtenus. Le pourcentage de pectine n'a pas été déterminé.

2.2.1 Protocole

La méthode utilisée est la méthode de Van Soest & Wine, décrite dans [113–115]. Cette méthode est communément appelée dosage ADF-NDF. Ces acronymes signifient respectivement, Acid Detergent Fiber et Neutral Detergent Fiber. Grâce à une solution NDF et deux solutions ADF, il est possible de déterminer le taux de cellulose, puis de lignine et enfin d'hémicellulose. Ces expériences se font sur matière sèche ce qui demande au préalable de déterminer le taux d'humidité de la fibre utilisée.

L'attaque NDF permet de ne garder que les trois constituants de la fibre végétale, c'est-à-dire la cellulose, l'hémicellulose et la lignine. En parallèle de cette attaque, on réalise successivement les deux attaques ADF, la première détruit l'hémicellulose afin de n'obtenir que de la lignine et de la cellulose, et la deuxième ADF vient casser les molécules de lignine pour récupérer la cellulose 'pure'. La figure 2.8 présente le schéma explicatif de la méthode. Lorsque ces attaques sont terminées, les échantillons sont calcinés dans un four à 550°C pour déterminer le pourcentage de matière minérale de la fibre. Au préalable de ces essais, les fibres sont broyées dans une centrifugeuse afin d'obtenir une poudre facilitant les réactions chimiques sur les différents composants de la fibre de lin.

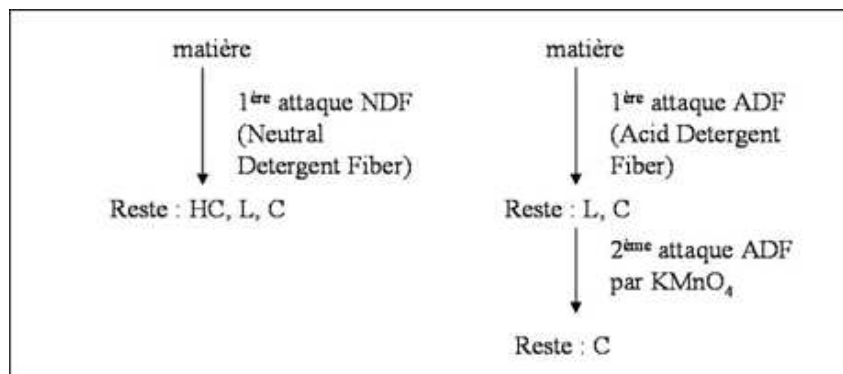


FIG. 2.8 – Schéma explicatif du dosage NDF-ADF [127]

La préparation des solutions ainsi que le protocole de la méthode de Van Soest & Wine sont détaillés en annexe 1.

2.2.2 Résultats des expériences

Les résultats de la méthode Van Soest and Wine décrite précédemment et effectuée sur trois échantillons de lin sont donnés dans le tableau 2.5. Ces expériences ont été réalisées dans les locaux du Laboratoire de Photochimie Moléculaire et Macroléculaire situé sur le campus des Cézeaux à Clermont-Ferrand. Le lin utilisé dans cette étude est un mélange de différentes variétés de lin.

Cellulose	Hémicellulose	Lignine	Eau
70,4	12,5	2,1	15

TAB. 2.5 – *Composition massique du lin étudié par la méthode Van Soest and Wine (%)*

Les valeurs obtenues par la méthode VanSoest and Wine sont du même ordre de grandeur que celles données dans la littérature (tableau 2.2). L'écart de valeurs peut s'expliquer par les différences de composition entre les espèces de lin.

2.3 Caractérisation des propriétés hygroscopiques du lin et du composite

Dans ce paragraphe, la méthode utilisée pour déterminer les propriétés hygroscopiques du lin est détaillée. En premier, un conditionnement en humidité relative est effectué afin de tracer des courbes d'absorption/désorption, puis une identification du coefficient de diffusion de l'eau au sein du matériau est effectuée en interpolant les résultats par la loi de Fick. Le coefficient de diffusion de l'eau est déterminé pour différentes humidités relatives.

2.3.1 Présentation du protocole d'expérience pour les fibres de lin et le composite

Les fibres de lin et les échantillons de composites sont conditionnés dans une micro enceinte de conditionnement suivant la norme NF EN ISO 483 : 2006-01 [128] (Figures 2.9 et 2.10). Grâce à différents sels chimiques et suivant la température ambiante de la pièce

où sont réalisées les enceintes, il est possible de créer une atmosphère ayant un certain taux d'humidité contrôlé.

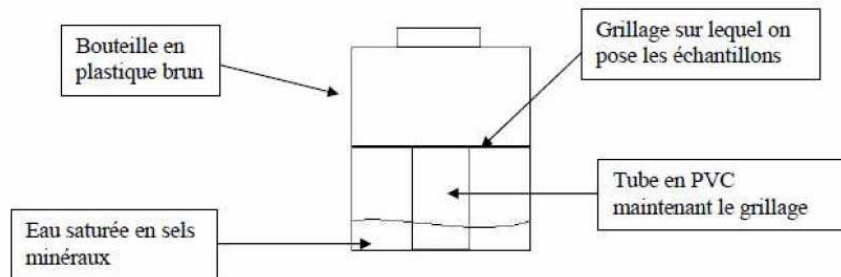


FIG. 2.9 – Schéma d'une micro-enceinte de conditionnement

Le tableau 2.6 présente l'humidité relative de l'air pour différentes températures en fonction des solutions salines aqueuses saturées utilisées. Lors des essais, la température ambiante était comprise entre 19°C et 22°C, d'après le table 2.6, les humidités relatives étudiées sont donc 33%, 50% et 75%.



FIG. 2.10 – Micro-enceinte de conditionnement

	Humidité relative à la température θ		
	20°C	40°C	60°C
Hydroxyde de potassium	8%	6%	6%
Chlorure de magnésium hexahydraté	33%	32%	29%
Nitrate de magnésium hexahydraté	50%	48%	
Bromure de sodium			50%
Chlorure de sodium	75%	75%	75%
Sulfate de potassium	97%	96%	

TAB. 2.6 – *Humidité relative de l'air au dessus de solutions salines aqueuses saturées à des températures de 20, 40 et 60°C [128]*

Avant tout conditionnement, les échantillons sont séchés dans une étuve sous vide en présence de pentoxyde di-phosphore (P_2O_5 , Sigma-Aldrich) qui est un puissant désiccant, pendant une période de 48 heures. Ainsi déshydratés, les échantillons de fibres de lin, assemblés sous forme de fagot de 20 mm de long, ont ensuite été placés sur un grillage à l'intérieur d'un container brun, qui limite le vieillissement des échantillons par les rayons UV (Figure 2.9). De plus, pour pallier les risques d'altération des fibres par des attaques microbiennes généralement facilitées par les forts taux d'humidité, il existe deux méthodes : une solution chimique à base de thymol (fort agent antibactérien et antifongique) placée directement dans l'enceinte, et une irradiation au préalable les fibres grâce à une lampe UV de longueur d'onde 254 nm. Dans notre cas, nous avons utilisé la solution chimique.

Dès le début du conditionnement, des pesées régulières sont faites sur les échantillons. Car lors du conditionnement des fibres de lin, l'absorption est très rapide dans la première heure. Pour le composite, comme la diffusion est plus lente, les pesées s'effectuent toutes les heures dans les premières 24h.

2.3.2 Modélisation de la diffusion

Ce paragraphe s'intéresse à la résolution des équations de diffusion avec comme condition limite une concentration fixe au bord du matériau étudiée. Deux géométries pour les échantillons ont été retenues : le composite est modélisé par une plaque mince et la fibre par un cylindre. Le but de cette résolution est de déterminer le coefficient de diffusion D de l'eau dans le lin à différentes humidités relatives en s'appuyant sur les résultats expérimentaux. La même méthode sera utilisée pour le composite.

On considère un matériau plus ou moins poreux en contact avec l'humidité environnante. Le matériau absorbe de l'eau par ses surfaces, puis l'eau se répand dans le solide par les lois de diffusion. Ce phénomène est appelé absorption, qui se caractérise par la prise de masse du matériau au cours du temps.

2.3.2.1 Loi de Fick pour le cas d'une concentration fixe au bord

La loi de Fick (1955) est la plus communément utilisée pour caractériser cette absorption, car c'est la plus simple et elle décrit relativement bien un grand nombre de courbes d'absorption. Ces équations ont été établies par analogie entre les phénomènes de transfert de chaleur par conduction et transfert de masse. Cranck [129] détaille les équations de diffusion pour différentes géométries et pour différentes conditions aux limites.

La première loi de Fick est donnée par l'équation 2.1 dans le cas isotrope :

$$\vec{\varphi} = -D \text{grad} C \quad (2.1)$$

Avec :

- $\vec{\varphi}$, le flux de concentration d'eau,
- D , le coefficient de diffusion de l'eau en mm^2/s , qui est un scalaire dans le cas isotrope sinon c'est un tenseur d'ordre 2,
- C , la concentration de l'eau au sein du matériau.

Le signe négatif signifie que le flux est dirigé des zones à concentration élevée vers celles à concentration plus faible.

Quand on effectue un bilan de matière, la première loi de Fick conduit à la deuxième loi de Fick (relation 2.2) faisant intervenir le temps :

$$\text{div}(\vec{\varphi}) = -\frac{\partial C}{\partial t} = -\text{div}(D \text{grad} C) \quad (2.2)$$

Lorsque la diffusion est unidirectionnelle suivant x , et que le coefficient de diffusion est le même en chaque point, ce dernier est donc indépendant de la concentration en eau, on obtient alors :

$$\frac{\partial C}{\partial t} = D \frac{\partial^2 C}{\partial x^2} \quad (2.3)$$

La diffusion fickienne est donc caractérisée par deux paramètres :

- le coefficient de diffusion D , indépendant du temps, de la direction ainsi que de la concentration en molécules d'eau,
- le seuil d'absorption asymptotique M_s , qui est atteint pour un temps infini correspondant à la masse à saturation de l'échantillon en eau.

2.3.2.2 Diffusion dans une plaque mince

La solution exacte de l'équation 2.3 pour la diffusion dans une plaque d'épaisseur h avec une concentration C_1 imposée sur les bords $x=-h/2$ et $x=h/2$ (Figure 2.11) est donnée par la relation 2.4 [129] :

$$\frac{C(x,t) - C_0}{C_1 - C_0} = 1 - \frac{4}{\pi} \sum_{n=0}^{\infty} \frac{(-1)^n}{2n+1} \cos\left(\frac{(2n+1)\pi x}{h}\right) \exp\left(-\frac{(2n+1)^2}{h^2} D \pi^2 t\right) \quad (2.4)$$

avec :

- x : distance à partir du plan central de la plaque suivant l'épaisseur,
- t : durée d'exposition à l'humidité de conditionnement,
- h : épaisseur de la plaque,
- C_0 : concentration initiale en eau du matériau.

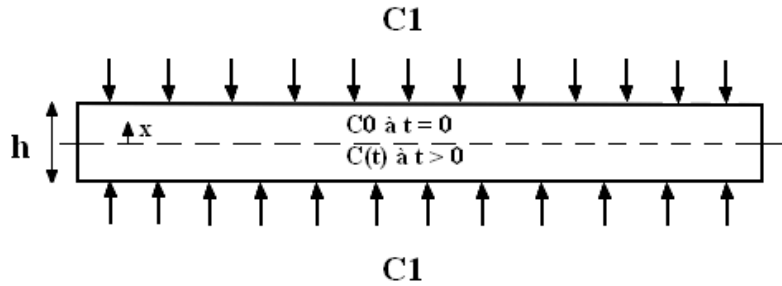


FIG. 2.11 – Schéma de la diffusion dans une plaque

La masse totale d'eau au sein du matériau M_t à un instant t est obtenue par l'intégration de $C(x,t)$ sur l'épaisseur du matériau et sur une aire A , correspondant à l'aire de la surface extérieure, soumise au flux. Elle est donnée par l'équation 2.5 :

$$M_t = \int_0^h AC(x,t)dx \quad (2.5)$$

En utilisant la masse à saturation M_s , l'équation 2.5 s'écrit alors :

$$\frac{M_t}{M_s} = 1 - \frac{8}{\pi^2} \sum_{n=0}^{\infty} \frac{1}{(2n+1)^2} \exp\left(-\frac{(2n+1)^2}{h^2} D \pi^2 t\right) \quad (2.6)$$

L'équation 2.6 est, dans la plupart des cas, la base des modèles de diffusion. La masse M_t est directement obtenue par pesée de l'échantillon au cours du temps. On peut donc ainsi déterminer le coefficient de diffusion de l'eau dans le matériau à une humidité relative

donnée par identification à partir de la courbe expérimentale donnant l'évolution de la masse au cours du temps.

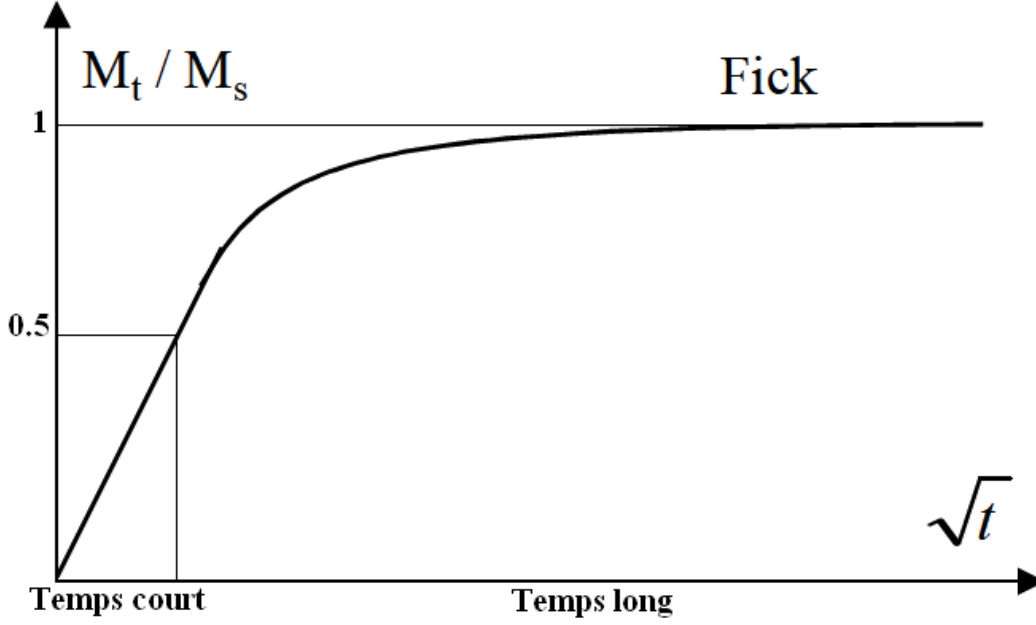


FIG. 2.12 – Courbe type pour la diffusion de Fick [98]

La figure 2.12 présente une courbe type pour la diffusion qui se traduit par le rapport $\frac{M_t}{M_s}$ en fonction du temps. Cette courbe est valable pour toute géométrie de l'échantillon (plaque, cylindre ou sphère). L'échantillon conditionné absorbe la moitié de sa masse à saturation rapidement. Ce temps d'absorption à moitié de la masse saturée est considéré comme un temps court et au-delà de cette limite, la fin de l'absorption se fait sur des temps considérés longs.

L'expression 2.6 se simplifie pour les temps longs et les temps courts [130]. Ainsi, pour $0 < \frac{M_t}{M_s} < 0.5$, l'équation 2.6 devient :

$$\frac{M_t}{M_s} = \frac{4}{h} \sqrt{\frac{Dt}{\pi}} \quad (2.7)$$

Enfin, pour $0.5 < \frac{M_t}{M_s} < 1$, l'équation 2.6 devient :

$$\frac{M_t}{M_s} = 1 - \frac{8}{\pi^2} \exp\left(-\frac{D\pi^2 t}{h^2}\right) \quad (2.8)$$

2.3.2.3 Diffusion dans un cylindre

La solution exacte pour la diffusion dans un cylindre avec une concentration uniforme C_1 imposée sur le bord $r=a$ (Figure 2.13) est donnée par la relation 2.9 [129].

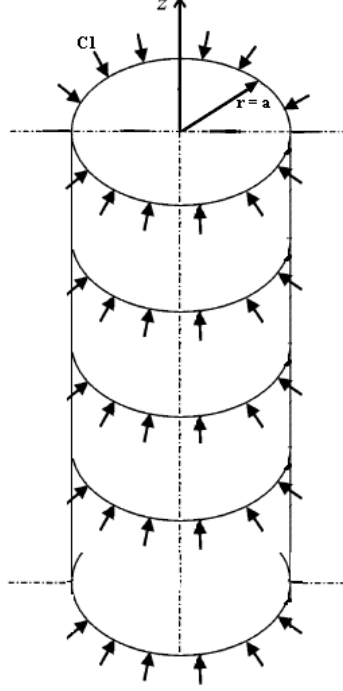


FIG. 2.13 – Schéma de la diffusion dans un cylindre

$$\frac{C(r,t) - C_1}{C_0 - C_1} = 1 - \frac{2}{a} \sum_{n=1}^{\infty} \frac{\exp(-D\alpha_n^2 t) J_0(r\alpha_n)}{\alpha_n J_1(a\alpha_n)} \quad (2.9)$$

avec :

- α_n , les solutions de l'équation de Bessel d'ordre n,
- J_1 et J_0 , les équations de Bessel d'ordre 1 et d'ordre 0.

En combinant les équations 2.9 et 2.5, on obtient l'équation suivante :

$$\frac{M_t}{M_s} = 1 - \sum_{n=1}^{\infty} \frac{4}{a^2 \alpha_n^2} \exp(-D\alpha_n^2 t) \quad (2.10)$$

Comme précédemment, il est possible d'écrire l'équation 2.10 pour les temps courts ($0 < M_t/M_s < 0.5$) :

$$\frac{M_t}{M_s} = \frac{4}{\sqrt{\pi}} \left[1 - \frac{\sqrt{\pi}}{4} \sqrt{\frac{Dt}{a^2}} - \frac{Dt}{12a^2} \right] \quad (2.11)$$

et les temps longs ($0.5 < Mt/M_s < 1$) :

$$\frac{M_t}{M_s} = 1 - \sum_{n=1}^{\infty} \frac{4}{\alpha_n^2} \exp(-\alpha_n^2 \frac{Dt}{r^2}) \quad (2.12)$$

Les équations 2.11 et 2.12 peuvent être décomposées encore plus précisément suivant les valeurs de $\frac{M_t}{M_s}$, elles vont dépendre des phénomènes de sorption au sein du matériau. L'allure de la courbe pour une diffusion dans un cylindre est la même que pour la diffusion dans une plaque (Figure 2.12).

Les équations de diffusion ainsi obtenues sont présentées dans le tableau 2.7.

$\frac{M_t}{M_s}$	Equations de diffusion
$0 < \frac{M_t}{M_s} < 0.2$	$\frac{M_t}{M_s} = \frac{4}{\sqrt{\pi}} \sqrt{\tau}$
$0.2 < \frac{M_t}{M_s} < 0.5$	$\frac{M_t}{M_s} = \frac{4}{\sqrt{\pi}} \sqrt{\tau} (1 - \frac{\sqrt{\pi}}{4} \sqrt{\tau} - \frac{\tau}{12})$
$0.5 < \frac{M_t}{M_s} < 0.7$	$\frac{M_t}{M_s} = 1 - 4(\frac{\exp(-\alpha_1^2 \tau)}{\alpha_1^2} + \frac{\exp(-\alpha_2^2 \tau)}{\alpha_2^2})$
$0.7 < \frac{M_t}{M_s} < 1$	$\frac{M_t}{M_s} = 1 - 4(\frac{\exp(-\alpha_1^2 \tau)}{\alpha_1^2})$

TAB. 2.7 – Solutions analytiques pour différentes valeur de $\frac{M_t}{M_s}$ ($\tau = \frac{Dt}{a^2}$) [131]

Avec : $\alpha_1 = 2.40483$ et $\alpha_2 = 5.52008$ [132].

Les équations présentées dans le tableau 2.7 sont des expressions simplifiées de l'équation 2.10 suivant les différentes valeurs du rapport M_t/M_s . Les deux premières équations sont un développement limité de l'équation 2.10, et les deux dernières équations correspondent à l'équation 2.10 pour $n=2$ c'est-à-dire en considérant α_1 et α_2 les solutions de l'équation de Bessel d'ordre 2. Ces approximations de la courbe de diffusion pour différentes valeurs de M_t/M_s permettent une programmation simplifiée dans un solveur mathématique.

Les équations 2.7, 2.8 et celles présentées dans le tableau 2.7, confrontées aux résultats expérimentaux présentés dans le paragraphe 2.3.3, permettent de déterminer le coefficient de diffusion des échantillons conditionnés aux différentes humidités relatives.

2.3.3 Résultats obtenus sur la fibre de lin

2.3.3.1 Résultats des essais en atmosphère contrôlée

Les échantillons testés, au nombre de 5 pour chaque humidité relative, ont pour dimension 20 mm de long et ils sont réunis en fagot de 3 mm de rayon.

L'absorption de l'eau au sein de l'échantillon conditionné par la méthode décrite au paragraphe 1.3.1 est suivie grâce aux pesées régulières effectuées au cours du temps, à l'aide d'une balance ABJ Kern d'une précision de 0,1 mg, permettant ainsi de déterminer finement la masse d'eau absorbée par les échantillons. Les résultats pour les humidités relatives de conditionnement de 33%, 50% et 75% sont présentés sur la figure 2.14.

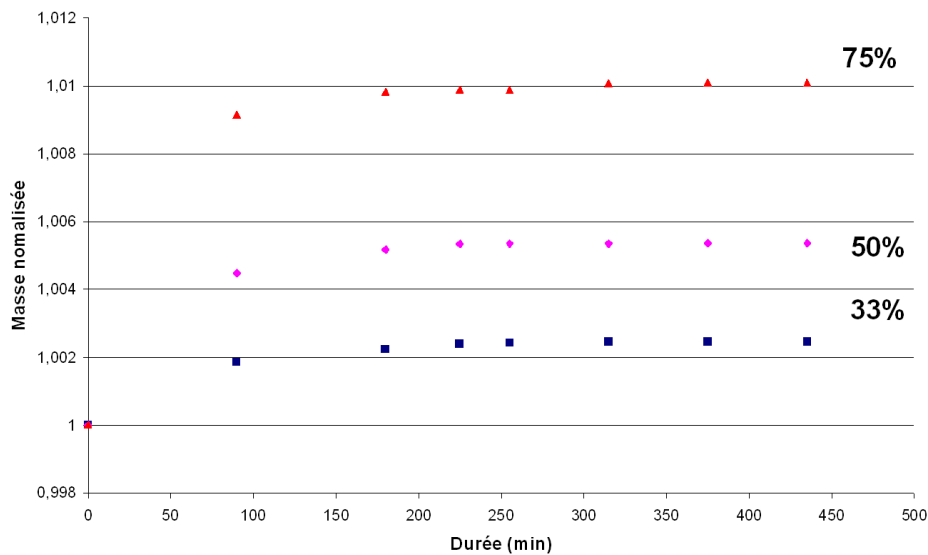


FIG. 2.14 – Masse normalisée M_t/M_0 des échantillons conditionnées à différentes humidités relatives

Il apparaît que toutes les courbes atteignent un seuil de saturation M_s , et que plus l'humidité relative de conditionnement augmente, plus les échantillons absorbent de l'eau.

Suite à ces essais d'absorption, des tests de désorption à humidité ambiante comprise entre 20 et 23% ont été réalisés. Les résultats sont présentés sur les figures 2.15, 2.16 et 2.17. La désorption des échantillons saturés est très rapide pendant les 25 premières minutes, puis la masse des échantillons se stabilise pour un temps approximatif de 90 min. Il faut noter que la masse des échantillons ne revient pas à la masse initiale car l'humidité relative ambiante lors de la désorption est de l'ordre de 20-23%. Donc il reste de l'eau au sein de la fibre.

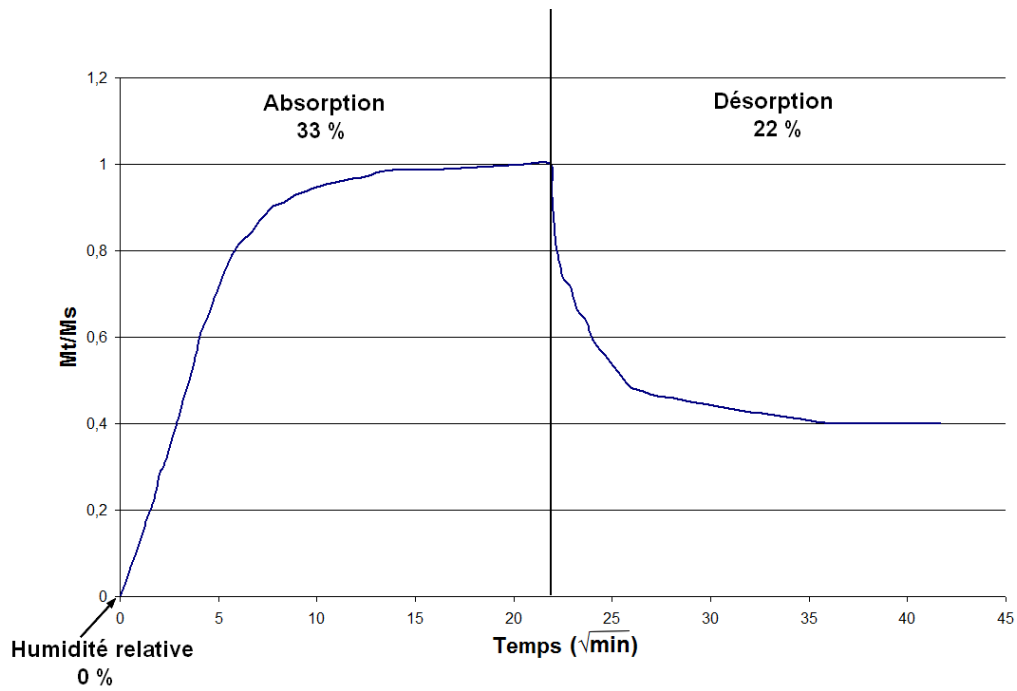


FIG. 2.15 – *Courbe d'absorption-désorption des fibres de lin à une humidité relative de 33%*

Les courbes de désorption ne seront pas utilisées pour le calcul du coefficient de diffusion. Elles permettent par contre de mettre en avant que les fibres végétales ont une désorption rapide en comparaison de leur absorption, et surtout que la masse des fibres après désorption est supérieure à la masse anhydre, car l'humidité ambiante lors de la désorption n'est pas égale à 0%.

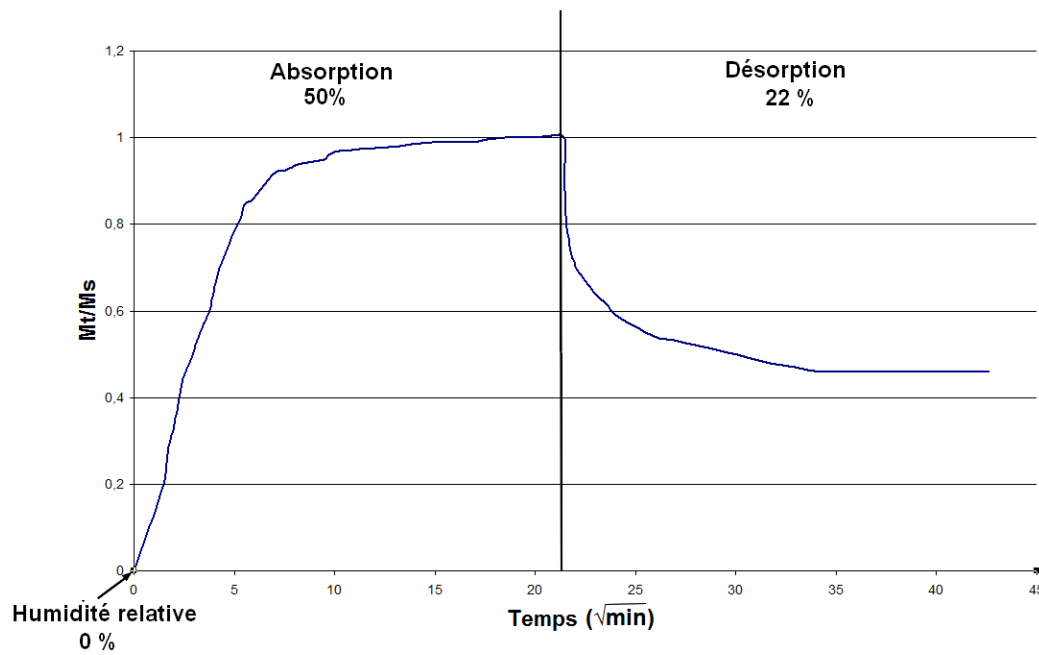


FIG. 2.16 – Courbe d'absorption-désorption des fibres de lin à une humidité relative de 50%

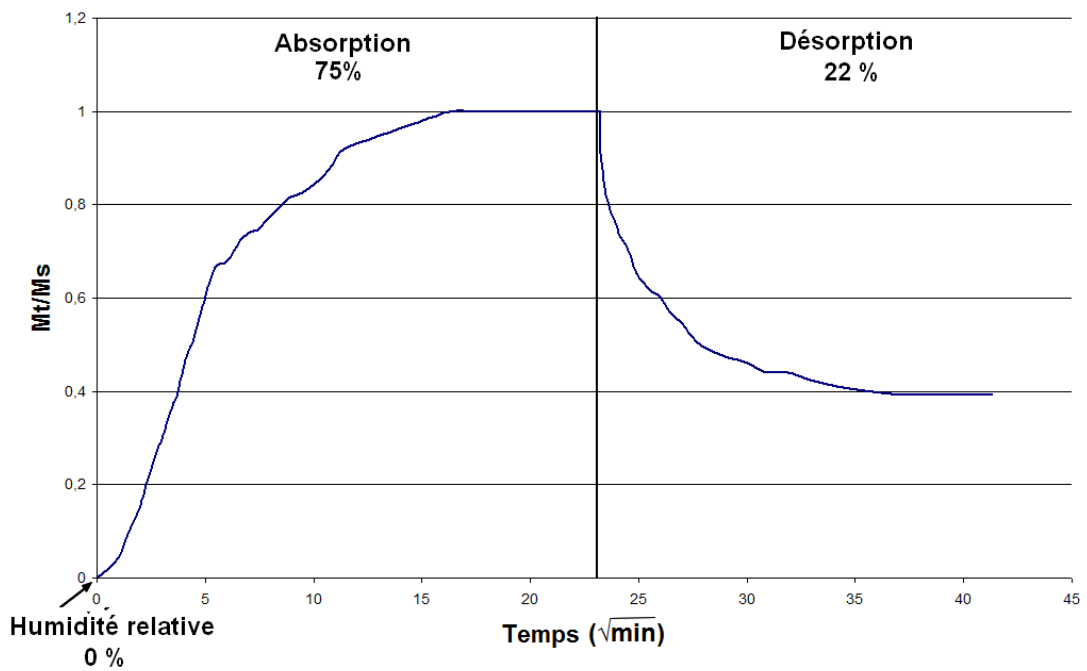


FIG. 2.17 – Courbe d'absorption-désorption des fibres de lin à une humidité relative de 75%

2.3.3.2 Modélisation par la loi de Fick unidirectionnelle

Les cinétiques d'absorption obtenues dans le paragraphe 2.3.3.1 respectent les conditions de la modélisation de la diffusion par les lois de Fick, en considérant que la concentration est fixe aux bords correspondant à l'humidité relative de conditionnement, et que le coefficient de diffusion est indépendant du temps. Tout d'abord, sur les figures 2.15, 2.16 et 2.17, il apparaît une partie linéaire au début de l'essai, puis la diffusion ralentit jusqu'à obtenir un palier, traduisant la saturation en eau de l'échantillon. La diffusion est modélisée par les équations du tableau 2.7 pour les différents rapports M_t/M_s . Grâce à ces équations, il est possible de déterminer le coefficient de diffusion pour chaque humidité relative testée en utilisant la méthode des moindres carrés et la fonction `fminsearch` de Matlab. Les figures 2.18, 2.19 et 2.20 présentent les résultats expérimentaux et le modèle de Fick une fois l'indentification du coefficient de diffusion effectuée. Les coefficients moyens de diffusion de l'eau sous différentes humidités relatives pour les 5 échantillons sont donnés dans le tableau 2.8.

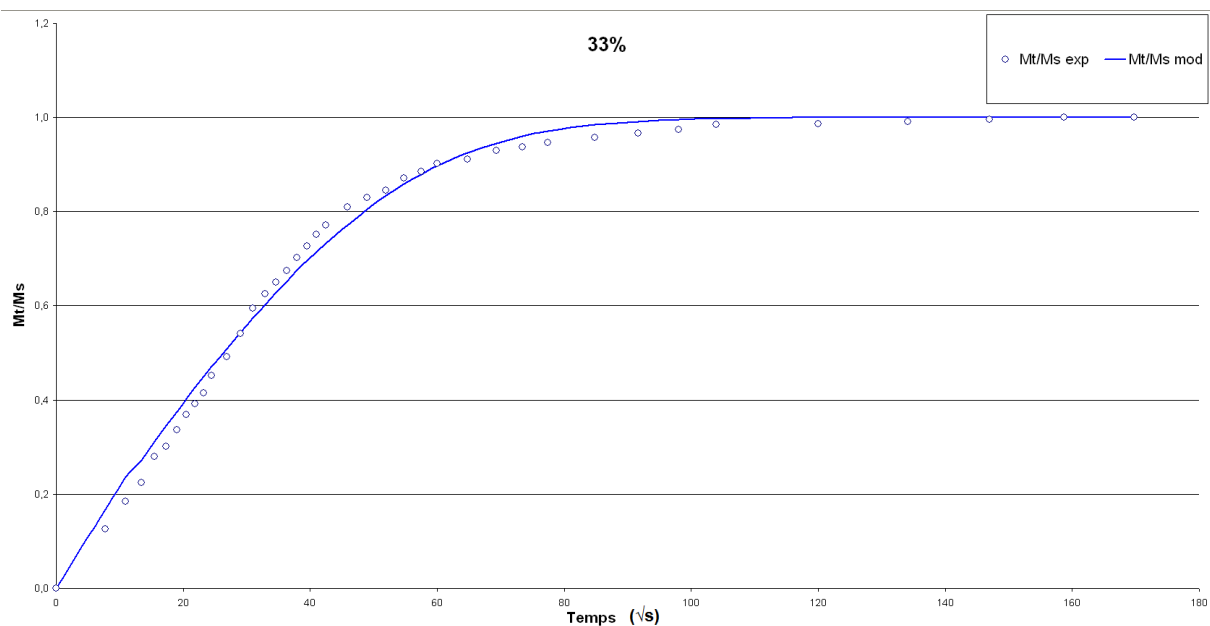


FIG. 2.18 – Courbe expérimentale et modélisation de Fick pour une humidité relative de 33%

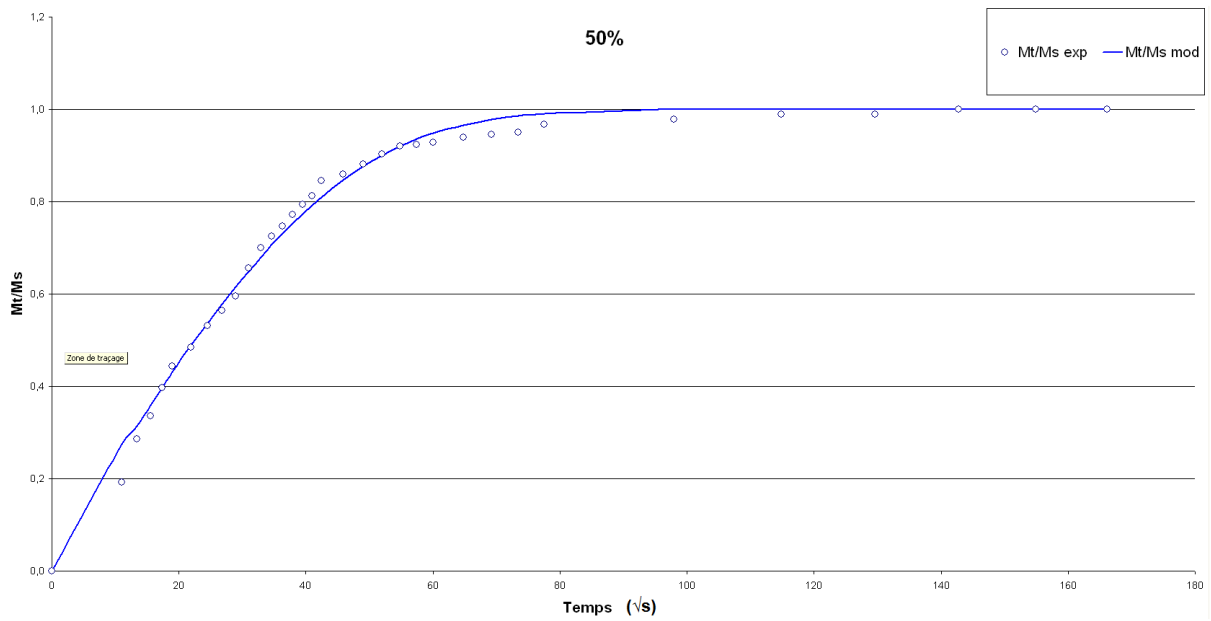


FIG. 2.19 – Courbe expérimentale et modélisation de Fick pour une humidité relative de 50%

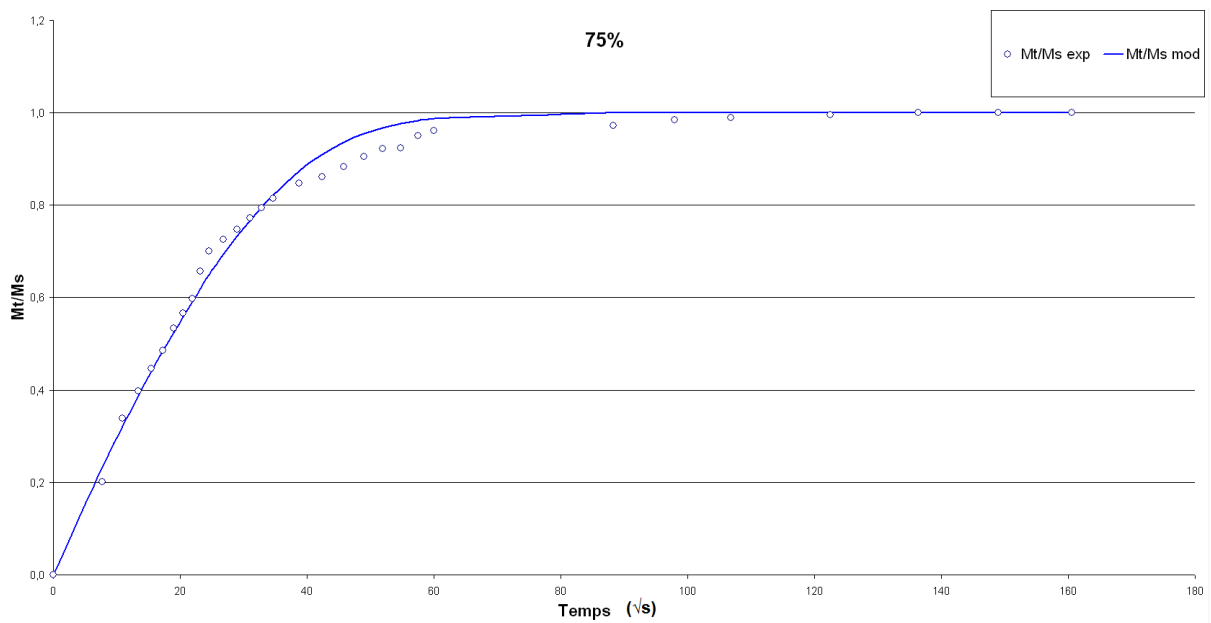


FIG. 2.20 – Courbe expérimentale et modélisation de Fick pour une humidité relative de 75%

Humidité relative	Coefficient de diffusion D (mm^2/s)	Ecart type
33%	2,06e-04	3,5e-5
50%	2,79e-04	1,2e-5
75%	3.69e-04	2,0e-5

TAB. 2.8 – Coefficient de diffusion de l'eau dans le lin à différentes humidités relatives

Il apparait que plus l'humidité relative augmente, plus le coefficient de diffusion de l'eau dans la fibre de lin est important. Il est important de noter que l'évolution du coefficient de diffusion de l'eau en fonction de l'humidité relative est linéaire comme le montre la figure 2.21. Une régression linéaire a été effectuée sur les points expérimentaux, il est donc possible de déterminer le coefficient de diffusion de l'eau dans le lin pour toutes humidités relatives. Ces résultats sont comparables aux essais de Stamboulis et al. [133]. Les auteurs utilisent le même protocole expérimental que celui présenté dans le paragraphe 2.3.1. Ils trouvent, pour une humidité relative de 66%, un coefficient de diffusion de l'eau dans le lin de $4.04e-4 \text{ mm}^2/s$, ce qui est proche des valeurs trouvées expérimentalement dans le présent travail.

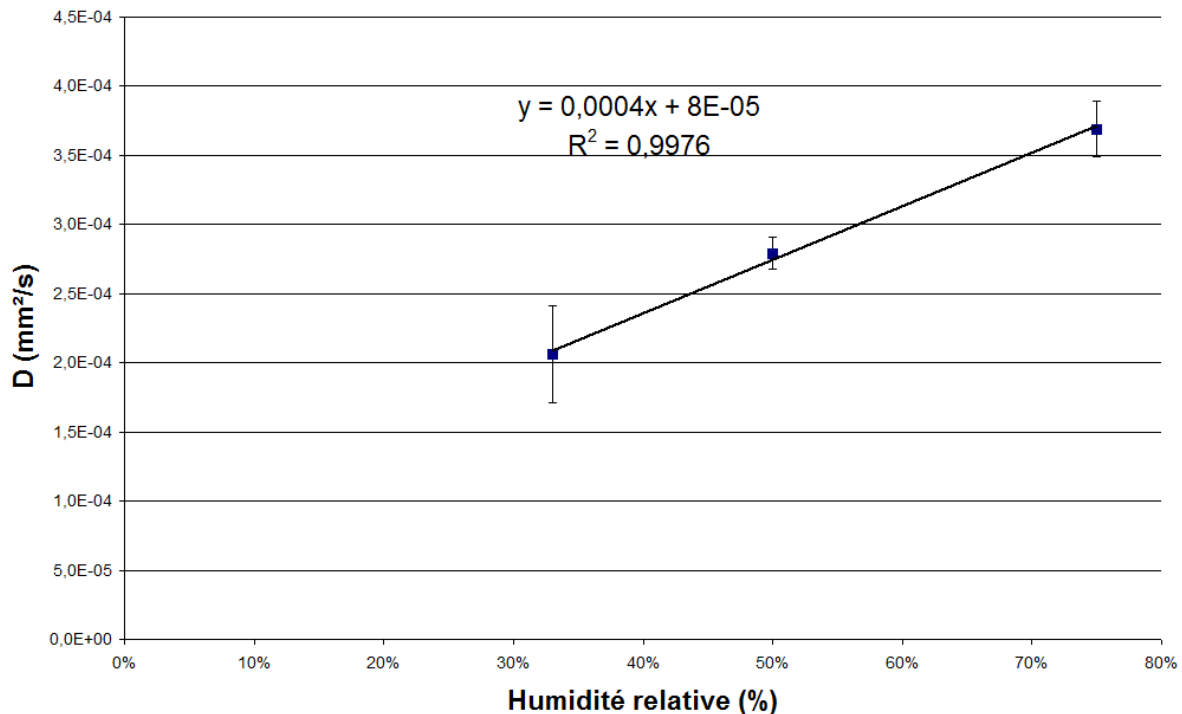


FIG. 2.21 – Evolution linéaire du coefficient de diffusion de l'eau au sein de lin en fonction de l'humidité relative

2.3.4 Résultats obtenus sur le composite

2.3.4.1 Résultats des essais en atmosphère contrôlée

Les échantillons de composite renforcés de fibres de lin, au nombre de 4, ont été conditionnés suivant le protocole présenté paragraphe 2.3.1, utilisé aussi pour le conditionnement des fibres de lin. Le but de cette expérience est de montrer l'influence de la résine sur la diffusion de l'eau au sein du lin. Les échantillons sont des plaques de composite, qui ont comme dimensions 50 mm de longueur, 20 mm de largeur et 2 mm d'épaisseur.

Comme pour les fibres de lin, l'absorption au sein des échantillons de composite a été suivie par pesées régulières au cours du temps, permettant donc de déterminer la masse d'eau absorbée M_t à un instant t . Les humidités relatives choisies pour le conditionnement sont 33%, 50% et 75%. La figure 2.22 montre l'absorption du composite pour chaque humidité relative étudiée. Il apparaît que plus l'humidité relative est importante, plus l'absorption en eau augmente pour atteindre la saturation. La différence entre ces deux expériences est le temps d'absorption, car le composite arrive à saturation après plus de 600h alors qu'il ne faut que 5h pour que la fibre de lin soit saturée en eau. Il est donc évident que la résine ralentit l'absorption en eau des fibres au sein du composite mais en aucun cas ne l'empêche.

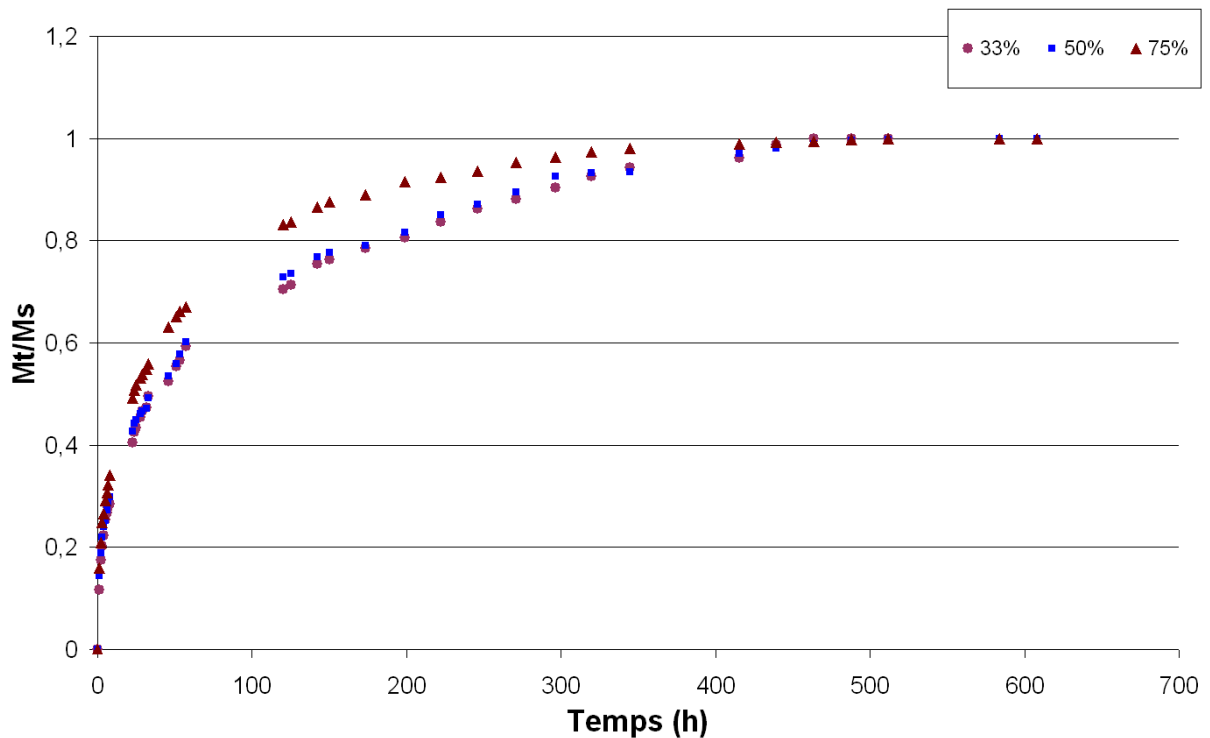


FIG. 2.22 – Courbe expérimentale de la prise en eau des échantillons de composites pour les différentes humidités de conditionnement

2.3.4.2 Détermination du coefficient de diffusion de l'eau au sein du composite

On considère que l'échantillon est une plaque mince, que la concentration au bord est fixe et égale à l'humidité relative de conditionnement et que le coefficient de diffusion est indépendant du temps. Alors, pour déterminer le coefficient de diffusion de l'eau dans le composite polyester insaturé - lin, il est possible d'utiliser la modélisation de la diffusion par la loi de Fick pour une plaque mince, présentée dans le paragraphe 2.3.2.2. Comme pour la diffusion de l'eau au sein des fibres de lin, les cinétiques d'absorption du composite, présentées par les figures 2.23, 2.24 et 2.25, montrent une partie linéaire au début de l'essai jusqu'à atteindre un palier correspondant au ralentissement de la diffusion pour arriver à la saturation en eau de l'échantillon.

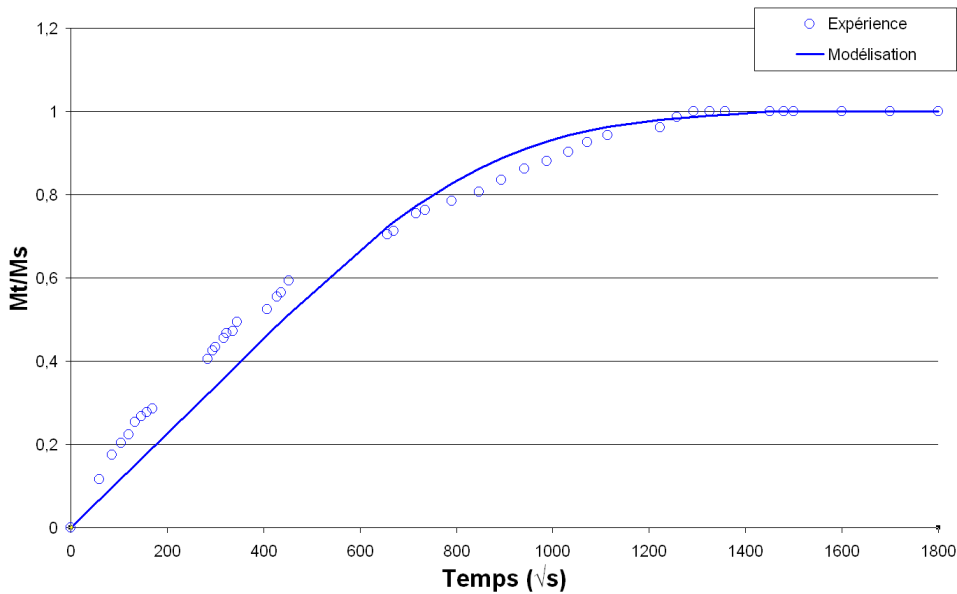


FIG. 2.23 – Courbe expérimentale et modélisation de Fick pour une humidité relative de 33%

Ces courbes peuvent être découpées en deux parties d'une part la partie linéaire qui correspond $0 < M_t/M_s < 0.5$ et d'autre part la partie palier pour $0.5 < M_t/M_s < 1$. Les équations pour modéliser ces deux parties sont données par les équations 2.7 et 2.8.

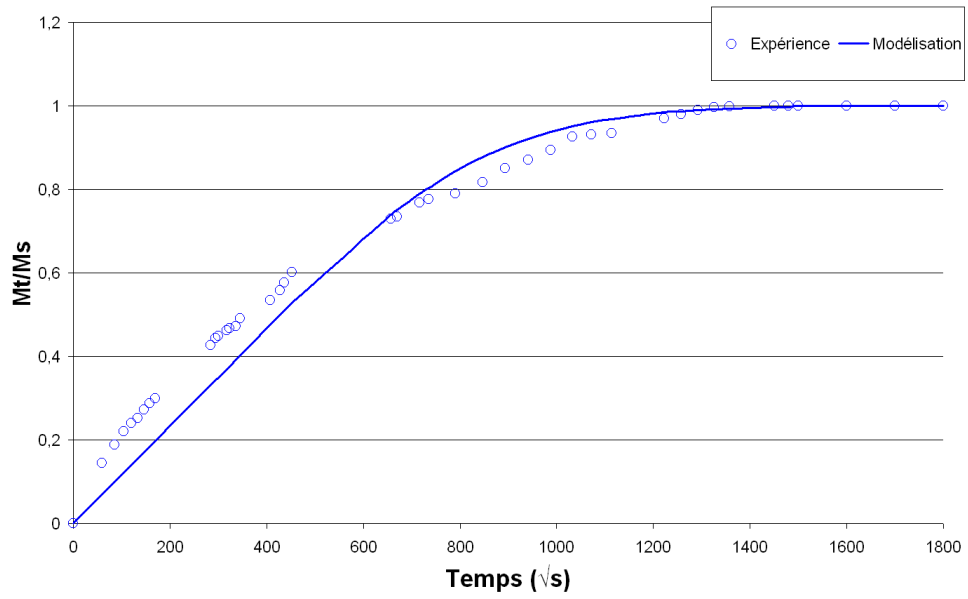


FIG. 2.24 – Courbe expérimentale et modélisation de Fick pour une humidité relative de 50%

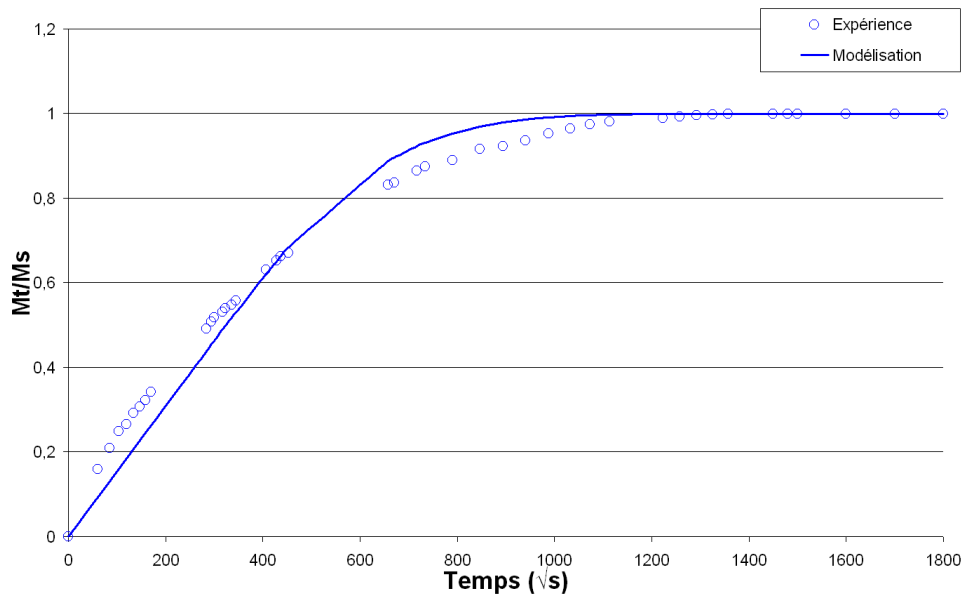


FIG. 2.25 – Courbe expérimentale et modélisation de Fick pour une humidité relative de 75%

Sur chacune de ces courbes 2.23, 2.24 et 2.25, une identification par la loi de Fick a été effectuée. Cette modélisation a permis de déterminer le coefficient de diffusion de l'eau au sein du composite renforcé de fibres de lin. Les valeurs du coefficient de diffusion de l'eau dans le composite pour différentes humidités relatives testées sont présentées dans le tableau 2.9.

Pour chacune des humidités relatives de conditionnement, quatre échantillons de composite ont été testés.

Humidité relative	Coefficient de diffusion D (mm^2/s)	Ecart type
33%	1,00e-06	5,42e-08
50%	1,07e-06	6,34e-08
75%	1,86e-06	7,83e-08

TAB. 2.9 – *Coefficient de diffusion de l'eau dans le composite polyester insaturé - lin à différentes humidités relatives*

Comme pour l'absorption au sein des fibres, plus l'humidité relative augmente, plus le coefficient de diffusion de l'eau est important. Mais les valeurs pour le composite sont environ 200 fois inférieures à celles du lin, car le polyester insaturé, qui est supposé hydrophobe, ralentit la diffusion de l'eau au sein du composite. Cette évolution du coefficient de diffusion de l'eau au sein du composite est linéaire en fonction de l'humidité relative comme le montre la figure 2.26. Il existe aussi des traitements de la fibre qui limitent son hydrophilie mais aucun d'entre eux n'a été utilisé dans cette étude. Certains de ces traitements ont été cités dans le paragraphe 1.1.1.

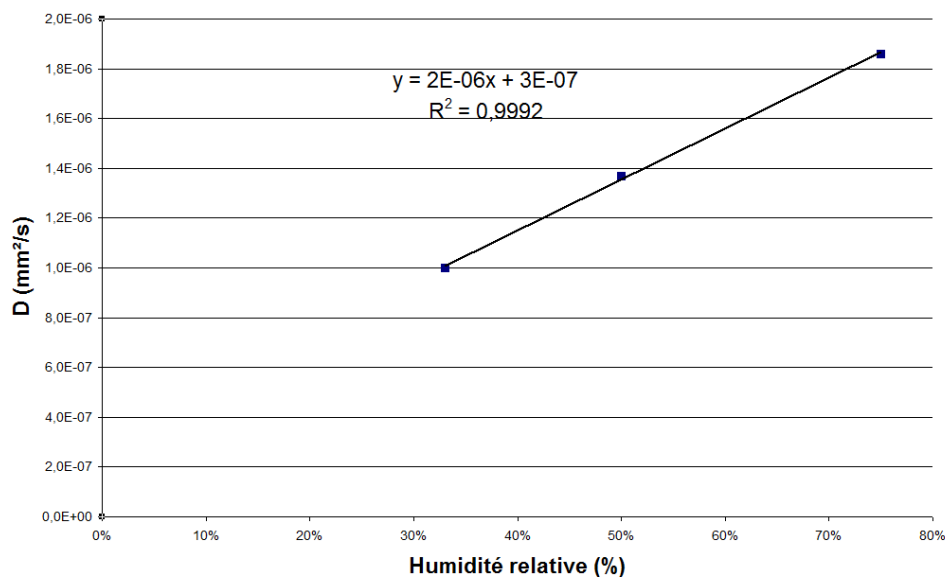


FIG. 2.26 – *Evolution linéaire du coefficient de diffusion de l'eau au sein du composite en fonction de l'humidité relative*

Les coefficients de diffusion du lin et du composite pour différentes humidités relatives sont des données de base pour la modélisation numérique réalisée sous Ansys. Le paragraphe suivant traite des essais de traction effectués sur le lin et le composite à différentes humidités relatives afin de déterminer les propriétés mécaniques de ces matériaux.

2.4 Essais de traction à différentes humidités relatives

2.4.1 Protocole d'essai de traction

Les essais de traction, sur les fibres de lin et le composite, sont réalisés sur une machine Instron 5543 équipée d'une cellule de charge de 50N et de mors pneumatiques (Figure 2.27). Les essais sont effectués à différentes humidités relatives ambiantes, c'est-à-dire dans une atmosphère non contrôlée mais avec une humidité relative constante tout au long des tests de traction qui durent en général 2 heures pour la totalité des éprouvettes.



FIG. 2.27 – Machine Instron utilisée pour les essais de traction

Les essais mécaniques sur le lin nécessitent une mise en œuvre au préalable comme le montre la figure 2.28 afin d'avoir un bon alignement vertical de la fibre, ainsi qu'une bonne prise dans les mors pneumatiques. Cette mise en œuvre est issue de la norme ISO 11566:1996 [134].

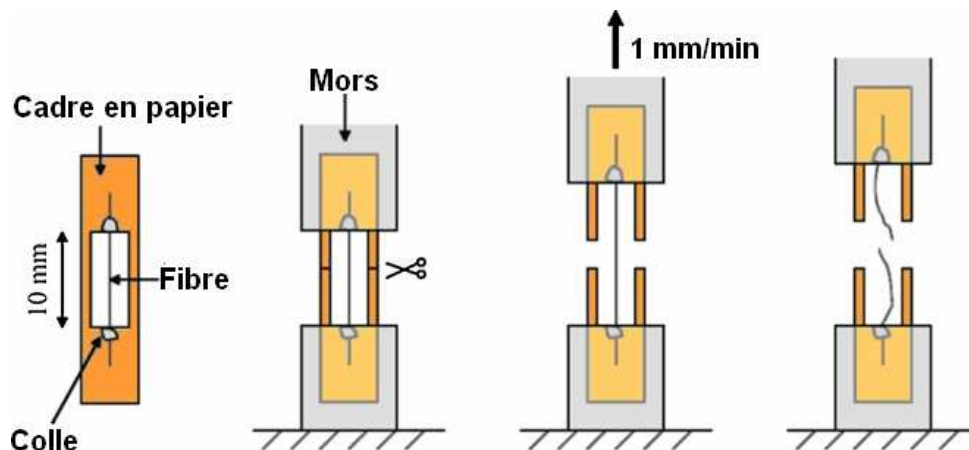


FIG. 2.28 – Schéma d'un essai de traction sur une fibre élémentaire de lin [109]

Les fibres élémentaires, obtenues suite aux différentes opérations effectuées sur la tige de lin (paragraphe 2.1.1), et ayant un diamètre moyen de $20\mu m$, sont collées sur du papier Kraft, de telle sorte que la longueur initiale de la fibre soit de 10 mm (Figure 2.28). La fibre doit être un minimum tendue pour ne pas avoir d'erreur sur la longueur initiale, mais il ne faut pas non plus que la fibre soit pré-contrainte pour ne pas avoir une contrainte initiale non nulle. Les deux extrémités du papier Kraft sont maintenues dans les mors, et les bords du carton sont ensuite coupés afin de ne tester que la fibre élémentaire (Figure 2.29). Le chargement est appliqué à la fibre à une vitesse de déplacement de traverse constante égale à 1 mm/min jusqu'à la rupture de la fibre. Comme la déformation de la fibre ne peut être obtenue par un extensomètre mécanique, le déplacement de la traverse mobile est utilisé pour estimer ensuite la déformation longitudinale moyenne de la fibre pendant l'essai. La contrainte est calculée via le rapport force/section transversale, la force étant donnée par la cellule de charge et la section transversale ($S = \pi D^2/4$) par le diamètre moyen obtenu grâce à deux mesures effectuées aux extrémités de la fibre via un microscope optique.

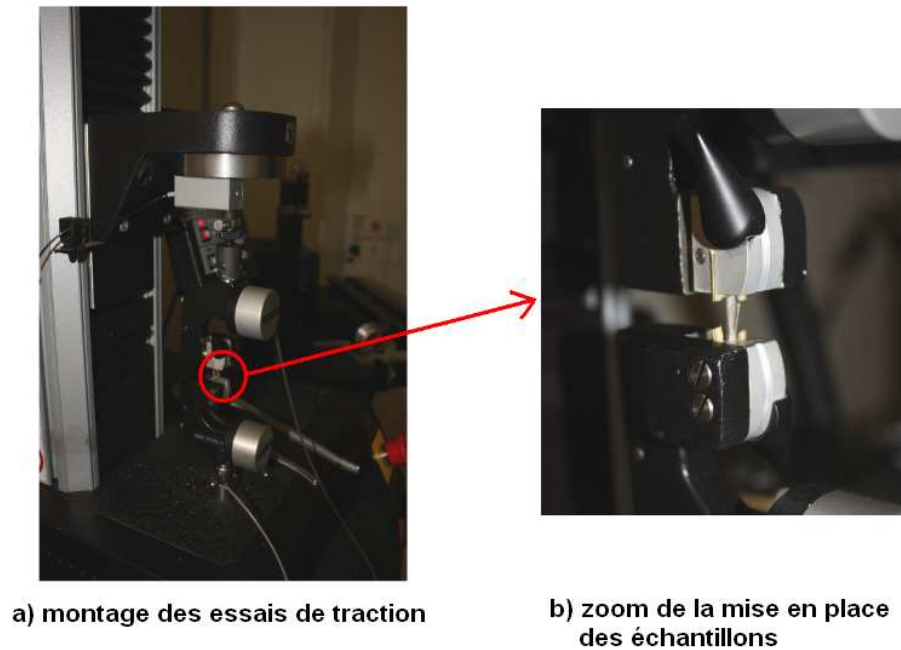


FIG. 2.29 – *Installation de l'échantillon testé sur la machine de traction - a) Présentation du montage pour les essais de traction b) zoom sur la mise en place de l'échantillon*

2.4.2 Résultats obtenus sur la fibre élémentaire

Afin d'obtenir des résultats valables, 30 fibres ont été ainsi testées en traction. Le module longitudinal d'élasticité moyen ainsi que la contrainte moyenne à rupture de la fibre élémentaire pour les humidités relatives de 33% et 60% sont présentés dans le tableau 2.10.

Humidité relative	Module moyen longitudinal (GPa)	Ecart type	Contrainte moyenne à rupture (MPa)	Ecart type
33%	32,6	$\pm 9,8$	930	± 200
60%	27,7	$\pm 8,1$	610	± 160

TAB. 2.10 – *Module longitudinal d'élasticité moyen et contrainte à rupture moyenne de la fibre élémentaire de lin pour des humidités relatives de 33% et 60%*

Un exemple de courbe contrainte-déplacement pour 33% et 60% d'humidité relative est donné par la figure 2.30.

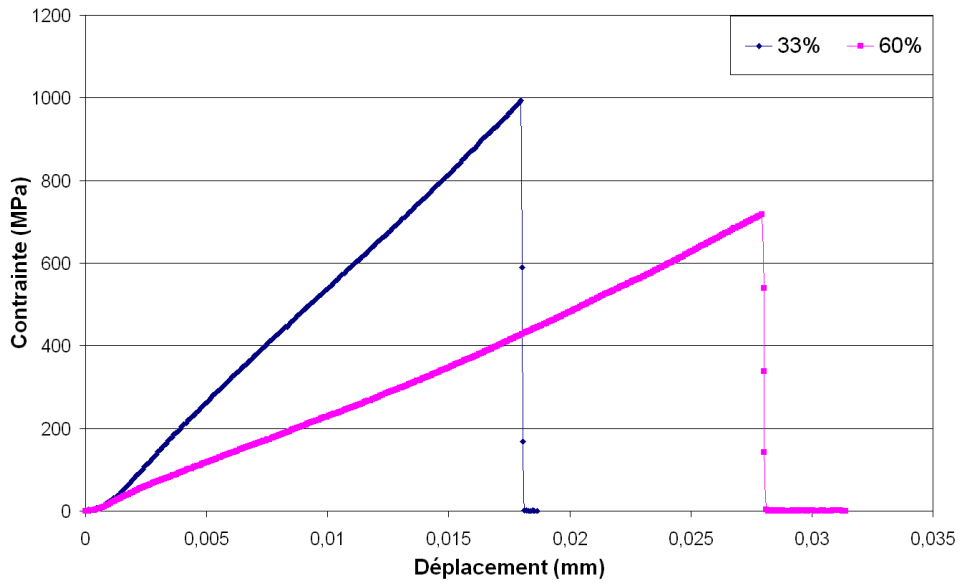


FIG. 2.30 – Exemple de courbe de réponse suite à un essai de traction pour les humidités relatives de 33% et 60%

Les résultats des essais de traction à différentes humidités relatives montrent un effet de l'humidité sur les propriétés mécaniques de la fibre de lin, qui se traduit par une diminution du module d'élasticité longitudinal et de la contrainte à rupture. Les propriétés mécaniques de la fibre de lin sont plus importantes pour une humidité relative de 33% qu'à 60% d'humidité relative. Donc, lorsque l'humidité relative va augmenter, le module moyen d'élasticité longitudinal et la contrainte à rupture moyenne de la fibre de lin diminueront.

Dans ce chapitre, les expériences pluridisciplinaires réalisées au cours de cette thèse ont été présentées. Tout d'abord, les expériences chimiques ont permis de déterminer la composition du lin étudié. Ce dernier est donc constitué de 70.4% de cellulose, de 12.5% d'hémicellulose et 2.1% de lignine pour une teneur en eau de 15%. Les résultats des essais d'absorption d'eau présentés dans le paragraphe 2.3 sont des données de base du modèle numérique décrit dans le chapitre suivant. Ainsi, il a été possible de déterminer les coefficients de diffusion de l'eau dans le lin et dans le composite pour différentes humidités relatives. L'évolution du coefficient de diffusion de l'eau est la même quelque que soit l'humidité relative ou bien le matériau étudié, c'est-à-dire que plus l'humidité relative augmente, plus le coefficient de diffusion de l'eau est important. De plus, la présence de la matrice autour de la fibre dans le composite ralentit l'absorption de l'eau au sein des fibres de lin, c'est pour cela que le coefficient de diffusion de l'eau dans le composite est inférieur à celui de la fibre pour la même humidité relative de conditionnement. Et enfin, les essais

de traction réalisés sous différentes humidités ambiantes ont montré une diminution du module longitudinal de la fibre lorsque l'humidité ambiante augmente.

Le chapitre suivant est une description des deux modèles développés pendant ces trois années de thèse. Certains résultats expérimentaux vont être intégrés dans la modélisation. La baisse des propriétés mécaniques avec le taux d'humidité, remarquée lors des essais de traction, sera vérifiée par la suite.

Les résultats des essais d'absorption et de traction sur la fibre de lin ont été présentés lors de deux conférences, une nationale[135] et une internationale[136]. Suite à la conférence Matériaux 2010[135], un article dans une revue nationale est en cours de publication.

Chapitre 3

Modèle multi-échelle et simulation numérique

Sommaire

3.1	Modélisation multi-échelle	96
3.1.1	Présentation des différentes étapes du modèle analytique	96
3.1.2	Modèle numérique - Passage de l'échelle mésoscopique à l'échelle macroscopique	115
3.2	Identification des paramètres d'entrée pour le modèle multi- échelle	125
3.2.1	Paramètres du modèle analytique	125
3.2.2	Paramètres pour le modèle numérique	129
3.3	Résultats des modélisations	131
3.3.1	Propriétés hygro-mécaniques des sous-couches pour différentes humidités relatives obtenues par le modèle analytique	131
3.3.2	Propriétés hygro-mécaniques à l'échelle macroscopique pour dif- férentes humidités relatives	132

Ce chapitre détaille le modèle multi-échelle utilisé dans ce travail. Le principe du modèle multi-échelle est de partir des propriétés mécaniques et hygroscopiques des principaux constituants microscopiques de la fibre végétale (cellulose, hémicellulose et lignine), afin de déterminer les propriétés hygro-mécaniques des sous-couches. Puis en remontant à l'échelle macroscopique, le modèle permet d'obtenir les propriétés hygro-mécaniques de la fibre de lin et au final, il est possible de déterminer les propriétés du composite renforcé de fibres de lin. Tout au long de ce chapitre, la modélisation sera détaillée aux différentes échelles considérées et les données de base seront explicitées. La figure 3.1 présente le schéma de la méthode multi-échelle développée dans ce chapitre.

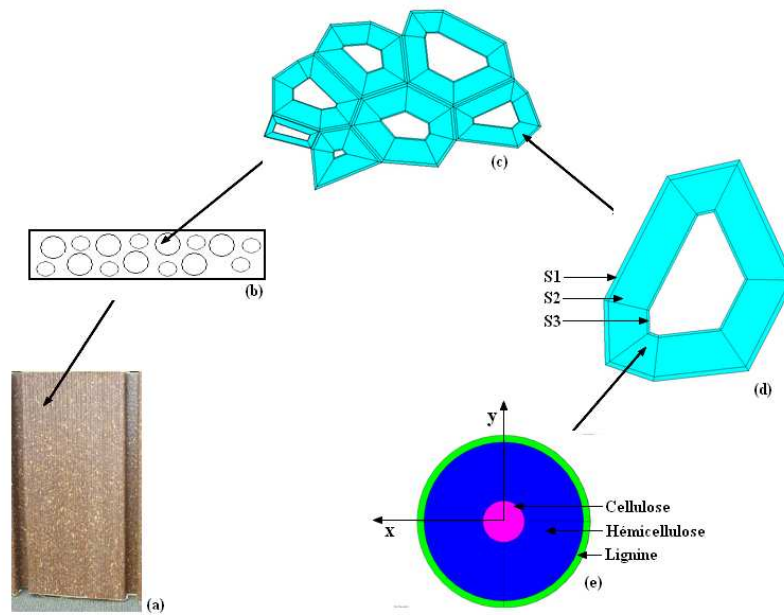


FIG. 3.1 – Schéma de la méthode multi-échelle : (a) composite, (b) coupe transversale du composite avec des fibres unidirectionnelles, (c) fibres techniques, (d) fibre élémentaire et (e) modélisation de chaque sous-couche

3.1 Modélisation multi-échelle

3.1.1 Présentation des différentes étapes du modèle analytique

3.1.1.1 Passage de l'échelle microscopique à l'échelle mésoscopique

L'objectif de ce paragraphe est d'obtenir les propriétés hygro-mécaniques des sous-couches S_1 , S_2 et S_3 à partir des propriétés hygro-mécaniques des constituants de la cellule végétale, à savoir la cellulose, l'hémicellulose et la lignine.

Le modèle décrit ci-dessous est issu de deux articles de Marklund et al. ([91],[69]). Le premier article traite de la partie mécanique et le deuxième prend en compte la partie hygroscopique dans le modèle analytique. Ce modèle permet de déterminer les propriétés hygro-mécaniques des sous-couches S_1, S_2 et S_3 dans leur repère d'orthotropie en fonction des propriétés hygro-mécaniques de la cellulose, de l'hémicellulose et de la lignine, de leur fraction volumique respective dans ces sous-couches. La cellulose et l'hémicellulose sont considérées isotropes transverses et la lignine isotrope.

Les propriétés hygro-mécaniques obtenues sont :

- les modules longitudinal et transversal, respectivement E_L et E_T ,
- les modules de cisaillement, G_{LT} et G_{TR} ,
- les coefficients de Poisson, ν_{LT} et ν_{TR} ,
- les coefficients d'hygroexpansion, β_L et β_T .

L'indice L correspond à l'axe longitudinal parallèle à l'axe des microfibrilles de cellulose, les indices T et R représentent les axes tangentiel et radial aux microfibrilles de cellulose (Figure 3.2). Le plan (T,R) est un plan d'isotropie transverse.

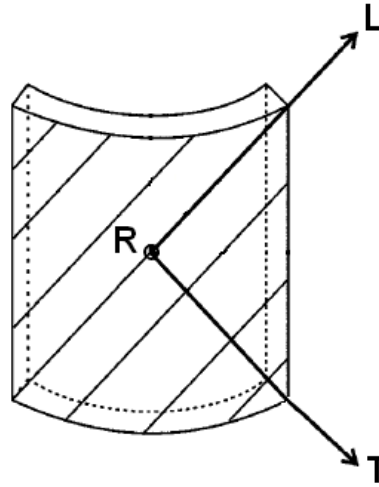


FIG. 3.2 – Repère d'isotropie transverse propre à chaque sous-couche

Chaque sous-couche est représentée par un assemblage de cylindres concentriques. Conformément à ce qui est expliqué au paragraphe 1.4, le cylindre intérieur représente la cellulose, qui est entourée d'un cylindre d'hémicellulose, elle-même entourée par un cylindre de lignine (Figure 1.20).

Le rayon de chaque cylindre (Figure 3.3) est fonction de la fraction volumique de la cellulose, de l'hémicellulose et de la lignine contenue dans chaque sous couche, et est donnée par la relation 3.1.

$$V_k = \frac{r_k^2 - r_{k-1}^2}{r_N^2} \quad (3.1)$$

Avec $k = 1$ pour la cellulose, 2 pour l'hémicellulose, 3 pour la lignine. $r_0 = 0$ et $N=3$.

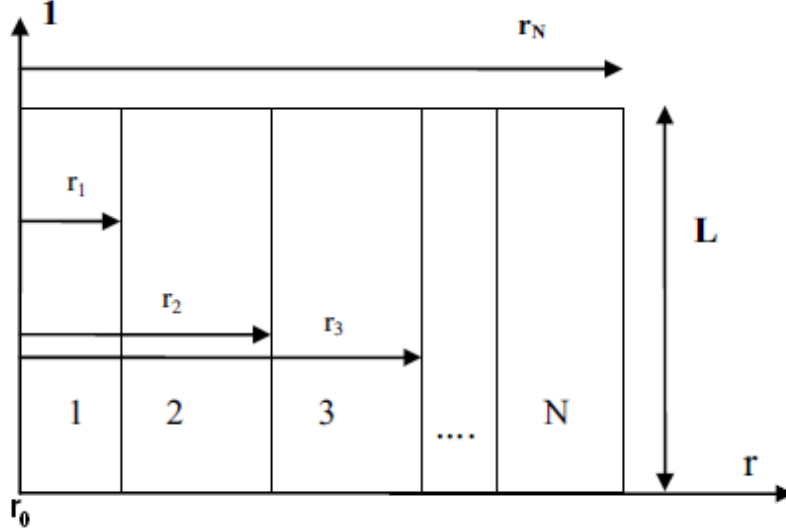


FIG. 3.3 – Schéma d'un assemblage de N cylindres concentriques [91]

Le principe de ce modèle est basé sur l'équilibre statique de chaque cylindre, les conditions de continuité aux interfaces (relation 3.2) et les conditions aux limites (relation 3.3).

$$\begin{aligned} u_r^k(r_k) &= u_r^{k+1}(r_k), & k &= 1,2 \\ \sigma_r^k(r_k) &= \sigma_r^{k+1}(r_k), & k &= 1,2 \end{aligned} \quad (3.2)$$

$$\begin{aligned} u_r^1(r=0) &= 0 \\ \sigma_r^3(r_3) &= 0 \end{aligned} \quad (3.3)$$

Les champs de déplacement et de contrainte sont de la forme :

$$\begin{aligned} u_r^k &= Ar^{\alpha_k} + Br^{-\alpha_k} + f(r, \Delta H) & \text{pour } k &= 1,2,3 \\ \sigma_r^k &= Cr^{\alpha_k-1} + Dr^{-\alpha_k-1} + g(r, \Delta H) & \text{pour } k &= 1,2,3 \end{aligned} \quad (3.4)$$

avec A, B, C et D des constantes d'intégration dépendantes des propriétés hygro-mécaniques de la cellulose, de l'hémicellulose et de la lignine, et ΔH correspondant à la variation de l'humidité dans les sous-couches.

Les propriétés mécaniques de la cellulose, de l'hémicellulose et de la lignine ont été déterminées à l'état sec. Ainsi suivant l'humidité relative étudiée, il faudra multiplier les modules d'élasticité de l'hémicellulose et de la lignine par un coefficient pour la partie

mécanique du modèle. Ce coefficient multiplicateur a été déterminé par Cousins ([71], [82]) pour l'hémicellulose et la lignine. Pour cela, des essais de traction et des mesures hygroscopiques ont été effectués sur les deux constituants isolés chacun par procédés chimiques (voir paragraphe 1.3.3).

Par exemple, pour une humidité relative de 20%, ce coefficient multiplicateur est égal à 0.92 pour l'hémicellulose et à 1.01 pour la lignine. La cellulose, étant supposé 100% cristalline, elle ne réagit pas à l'humidité.

Les résultats analytiques du passage de l'échelle microscopique à l'échelle mésoscopique, c'est-à-dire l'estimation des propriétés hygro-mécaniques des sous-couches, sont présentés dans le paragraphe 3.2.

3.1.1.2 Passage de l'échelle mésoscopique à l'échelle macroscopique

Le modèle présenté dans ce paragraphe permet de déterminer les propriétés hygro-mécaniques de la fibre de lin dans son repère (r, θ, z) (Figure 3.4) et au final dans le repère cartésien (x, y, z) en fonction des propriétés hygro-mécaniques des sous-couches S_1, S_2 et S_3 déterminées grâce au modèle détaillé dans le paragraphe précédent. Ce modèle est détaillée en annexe B.

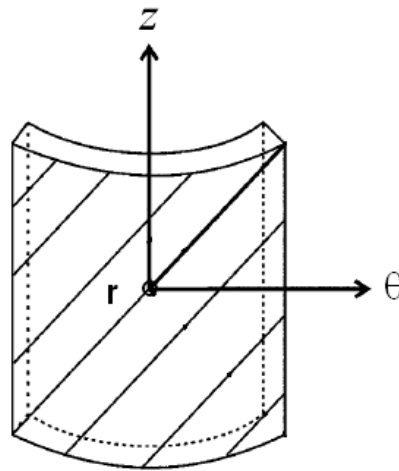


FIG. 3.4 – Repère cylindrique de la fibre

3.1.1.2.1 Propriétés hygro-mécaniques des sous-couches dans le repère de la fibre

La plupart des matériaux anisotropes possèdent une structure présentant une ou plusieurs symétries. C'est le cas des sous-couches qui sont considérées comme des matériaux isotropes transverses alors que la fibre de lin est considérée à priori comme un matériau à

symétrie monoclinique en raison de l'orientation des microfibrilles. Les relations 3.5 et 3.6 donnent respectivement la représentation du tenseur des souplesses et d'hygroexpansion des sous-couches dans le repère (R,T,L) (voir figure 3.2).

$$[S]_{(R,T,L)} = \begin{pmatrix} \frac{1}{E_{R_i}} & \frac{-\nu_{TR_i}}{E_{T_i}} & \frac{-\nu_{LR_i}}{E_{L_i}} & 0 & 0 & 0 \\ \frac{-\nu_{RT_i}}{E_{R_i}} & \frac{1}{E_{T_i}} & \frac{-\nu_{LT_i}}{E_{L_i}} & 0 & 0 & 0 \\ \frac{-\nu_{RL_i}}{E_{R_i}} & \frac{-\nu_{TL_i}}{E_{T_i}} & \frac{1}{E_{L_i}} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \frac{1}{G_{LT_i}} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{1}{G_{LR_i}} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{1}{G_{TR_i}} \end{pmatrix} \quad (3.5)$$

$$[\beta]_{(R,T,L)} = \begin{pmatrix} \beta_{R_i} & 0 & 0 \\ 0 & \beta_{T_i} & 0 \\ 0 & 0 & \beta_{L_i} \end{pmatrix}_{(R,T,L)} \quad (3.6)$$

avec $i = (1,2,3)$ pour les propriétés mécaniques de S_1 , S_2 et S_3 respectivement.

Les tenseurs des souplesses et d'hygroscopie des sous-couches étant exprimées dans leur repère d'isotropie transverse, il faut faire un changement de base pour obtenir les propriétés hygro-mécaniques des sous-couches dans le repère cylindrique de la fibre (r,θ,z) . Ce changement de base porte sur le passage du repère d'isotropie transverse (R,T,L) vers le repère cylindrique de la fibre (r,θ,z) en fonction de l'angle des microfibrilles dans chacune des sous-couches. Pour cela, on utilise la relation de changement de base (relation 3.7) qui fait intervenir la tenseur des souplesses $[S]$ (relation 3.5), la matrice de passage (relation 3.8) et le tenseur d'hygroexpansion (relation 3.9).

$$[S]_{(r,\theta,z)} = P_i * [S]_{(R,T,L)} * P_i^{-1} \quad (3.7)$$

$$P_i = \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & \cos(\theta_i)^2 & \sin(\theta_i)^2 & -2\cos(\theta_i)\sin(\theta_i) & 0 & 0 \\ 0 & \sin(\theta_i)^2 & \cos(\theta_i)^2 & 2\cos(\theta_i)\sin(\theta_i) & 0 & 0 \\ 0 & \cos(\theta_i)\sin(\theta_i) & -\cos(\theta_i)\sin(\theta_i) & \cos(\theta_i)^2 - \sin(\theta_i)^2 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \cos(\theta_i) & \sin(\theta_i) \\ 0 & 0 & 0 & 0 & -\sin(\theta_i) & \cos(\theta_i) \end{pmatrix} \quad (3.8)$$

$$\begin{aligned}
\beta_{zz_i} &= \beta_{L_i} \cos(\theta_i)^2 + \beta_{T_i} \sin(\theta_i)^2 \\
\beta_{\theta\theta_i} &= \beta_{L_i} \sin(\theta_i)^2 + \beta_{T_i} \cos(\theta_i)^2 \\
\beta_{rr_i} &= \beta_{R_i} \\
\beta_{z\theta_i} &= (-\beta_{L_i} + \beta_{T_i}) \sin(\theta_i) \cos(\theta_i)
\end{aligned} \tag{3.9}$$

avec $i = (1,2,3)$ pour les propriétés mécaniques de S_1 , S_2 et S_3 respectivement et θ_i correspond à l'angle des microfibrilles dans chaque sous-couche.

La relation 3.10 donne le tenseur des rigidités de chaque sous-couche dans le repère cylindrique de la fibre.

$$[C]_{(r,\theta,z)} = [S]_{(r,\theta,z)}^{-1} \tag{3.10}$$

3.1.1.2.2 Détermination du champ de déplacement dans le repère (r,θ,z) pour une variation de l'humidité ΔH

Maintenant que les propriétés hygro-mécaniques des sous-couches sont exprimées dans le repère de la fibre, l'étape suivante de la modélisation analytique consiste à déterminer les propriétés hygro-mécaniques de la fibre.

Le principe consiste, dans un premier temps, à déterminer les coefficients d'expansion hygroélastique de la fibre dans un contexte de dilatation libre (β_{rr} , $\beta_{\theta\theta}$, β_{zz} et $\beta_{\theta z}$) puis, dans un deuxième temps, à empêcher de façon sélective la dilatation afin de générer des contraintes et accéder aux propriétés élastiques de la fibre. On a supposé que le champ de déplacement exprimé dans le repère (r,θ,z) est de la forme :

$$\vec{u} = \begin{cases} u(r) \\ v(r,z) = rh(z) \\ w(z) \end{cases} \tag{3.11}$$

Ce champ correspond à une superposition de sollicitations de traction longitudinale, de pression interne ou externe et de torsion.

Le champ de déformation totale dans le repère (r,θ,z) s'exprime en fonction du champ de déplacement précédent à partir des relations cinématiques

$$\epsilon_{rr} = \frac{du}{dr}; \quad \epsilon_{\theta\theta} = \frac{u}{r}; \quad \epsilon_{zz} = \frac{dw}{dz}; \quad \epsilon_{\theta z} = \frac{1}{2} \frac{\partial v}{\partial z}; \quad \epsilon_{rz} = 0; \quad \epsilon_{r\theta} = 0 \tag{3.12}$$

La relation de comportement hygro-élastique dans le repère (r,θ,z) est la suivante :

$$[\sigma] = [C]_{(r,\theta,z)}[\epsilon^{el}] = [C]_{(r,\theta,z)}[\epsilon - \epsilon^h] \quad (3.13)$$

avec :

- $[\epsilon^{el}]$, le tenseur des déformations élastiques mécaniques de la fibre,
- $[\epsilon]$, le tenseur des déformations totales de la fibre,
- $[\epsilon^h]$, le tenseur des déformations hygroscopiques de la fibre.

et

$$\begin{bmatrix} \epsilon_{rr}^h & \epsilon_{r\theta}^h & \epsilon_{rz}^h \\ \epsilon_{r\theta}^h & \epsilon_{\theta\theta}^h & \epsilon_{\theta z}^h \\ \epsilon_{rz}^h & \epsilon_{\theta z}^h & \epsilon_{zz}^h \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \beta_{rr} & 0 & 0 \\ 0 & \beta_{\theta\theta} & \beta_{\theta z} \\ 0 & \beta_{\theta z} & \beta_{zz} \end{bmatrix} * \Delta H \quad (3.14)$$

On obtient donc le champ de contrainte donné par la relation 3.15 écrit sous forme condensée dans le repère (r,θ,z) :

$$\begin{bmatrix} \sigma_{rr} \\ \sigma_{\theta\theta} \\ \sigma_{zz} \\ \sigma_{\theta z} \\ \sigma_{rz} \\ \sigma_{r\theta} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{13} & C_{14} & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{22} & C_{23} & C_{24} & 0 & 0 \\ C_{13} & C_{23} & C_{33} & C_{34} & 0 & 0 \\ C_{14} & C_{24} & C_{34} & C_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & C_{55} & C_{56} \\ 0 & 0 & 0 & 0 & C_{56} & C_{66} \end{bmatrix} \left(\begin{bmatrix} \epsilon_{rr} \\ \epsilon_{\theta\theta} \\ \epsilon_{zz} \\ 2\epsilon_{\theta z} \\ 2\epsilon_{rz} \\ 2\epsilon_{r\theta} \end{bmatrix} - \begin{bmatrix} \epsilon_{rr}^h \\ \epsilon_{\theta\theta}^h \\ \epsilon_{zz}^h \\ 2\epsilon_{\theta z}^h \\ 2\epsilon_{rz}^h \\ 2\epsilon_{r\theta}^h \end{bmatrix} \right) \quad (3.15)$$

Afin de déterminer le champ de déplacement dans le repère (r,θ,z) , il est nécessaire de vérifier les équations d'équilibre (relation 3.16) en négligeant toute force volumique et en se plaçant en quasi-statique.

$$\vec{div} \vec{\sigma} = \vec{0} \quad \text{soit} \quad \begin{cases} \frac{\partial \sigma_{rr}}{\partial r} + \frac{\sigma_{rr} - \sigma_{\theta\theta}}{r} = 0 \\ \frac{\partial \sigma_{\theta z}}{\partial z} = 0 \\ \frac{\partial \sigma_{zz}}{\partial z} = 0 \end{cases} \quad (3.16)$$

Grâce aux deux dernières équations d'équilibre et aux équations 3.12 et 3.15, on obtient le système suivant :

$$\begin{cases} C_{34} \frac{d^2 w}{dz^2} + C_{44} \frac{\partial^2 v}{\partial z^2} = 0 \\ C_{33} \frac{d^2 w}{dz^2} + C_{34} \frac{\partial^2 v}{\partial z^2} = 0 \end{cases} \quad (3.17)$$

En multipliant la première équation du système par C_{33} et la deuxième par C_{34} , en les soustrayant, on élimine ainsi les termes $\frac{d^2 w}{dz^2}$, et en considérant que le déterminant de ce

système est non nul c'est-à-dire que $C_{34}^2 - C_{33}C_{44} \neq 0$, on obtient :

$$\frac{d^2v}{d^2z} = 0$$

En multipliant la première équation par C_{34} , la deuxième par C_{44} et en les soustrayant, on obtient :

$$\frac{d^2w}{d^2z} = 0$$

On obtient ainsi les déplacements suivant les axes θ et z (relation 3.18).

$$\begin{aligned} v(r, z) &= r(cz + d) \\ w(z) &= az + b \end{aligned} \quad (3.18)$$

avec a , b , c et d quatre constantes d'intégration.

En utilisant la première équation de la relation 3.16, on trouve :

$$r^2 \frac{d^2u}{dr^2} + r \frac{du}{dr} - \frac{C_{22}}{C_{11}}u = \left(\bar{\beta} \Delta H - \frac{C_{13} - C_{23}}{C_{11}}a \right) r + \frac{C_{24} - 2C_{14}}{C_{11}}cr^2$$

ou bien

$$r^2 \frac{d^2u}{dr^2} + r \frac{du}{dr} - \frac{C_{22}}{C_{11}}u = (\bar{\beta} \Delta H - Aa) r + Bcr^2 \quad (3.19)$$

avec : $A = -\frac{C_{13} - C_{23}}{C_{11}}$, $B = \frac{C_{24} - 2C_{14}}{C_{11}}$ et

$$\bar{\beta} = \frac{(C_{11} - C_{12})\beta_{rr} + (C_{12} - C_{22})\beta_{\theta\theta} + (C_{13} - C_{23})\beta_{zz} + 2(C_{14} - C_{24})\beta_{\theta z}}{C_{11}}$$

L'équation différentielle de la relation 3.19 est l'équation d'Euler du second ordre sans second membre :

$$x^2 \frac{d^2y}{dx^2} + \gamma x \frac{dy}{dx} + \delta y = 0$$

avec $\gamma = 1$ et $\delta = -\frac{C_{22}}{C_{11}}$. On a bien $(1 - \gamma)^2 \geq 4\delta$.

La solution homogène est donc de la forme :

$$u_{hom}(r) = Cr^\mu + Dr^{-\mu}$$

Avec $\mu = \frac{1}{2} \sqrt{|(1 - \gamma)^2 - 4\delta|} = \frac{1}{2} \sqrt{|-4\delta|} = \sqrt{\frac{C_{22}}{C_{11}}}$.

Une solution particulière est de la forme :

$$u_{part}(r) = K_1 r + K_2 r^2$$

avec :

$$\begin{aligned} -K_1 &= \frac{C_{11}}{C_{11} - C_{22}} (\bar{\beta} \Delta H - Aa) \\ -K_2 &= \frac{C_{11}}{4C_{11} - C_{22}} BC \end{aligned}$$

La relation 3.20 donne le déplacement suivant l'axe r.

$$\begin{aligned} u(r) &= u_{hom}(r) + u_{part}(r) \\ u(r) &= Cr^\mu + Dr^{-\mu} + Ear + F\bar{\beta}\Delta Hr + Gcr^2 \end{aligned} \quad (3.20)$$

avec $\mu = \sqrt{\frac{C_{22}}{C_{11}}}$, $E = \frac{AC_{11}}{C_{11} - C_{22}} = \frac{C_{23} - C_{13}}{C_{11} - C_{22}}$, $F = \frac{C_{11}}{C_{11} - C_{22}}$ et $G = \frac{BC_{11}}{4C_{11} - C_{22}} = \frac{C_{24} - 2C_{14}}{4C_{11} - C_{22}}$.

Il ne reste plus qu'à déterminer les constantes a, b, c, d, C et D. Il faut noter que chacune des constantes élastiques présentes dans les différentes équations et les constantes d'intégration à déterminer sont fonction de la sous-couche dans laquelle on se place.

3.1.1.2.3 Expression des grandeurs macroscopiques : changement d'échelle

- Grandeurs microscopiques

Pour chaque cas de chargement hydrique, les conditions aux limites permettent de déterminer les constantes d'intégration a, b, c, d, C et D. Il est alors possible de calculer les déformations microscopiques ϵ_{ij} ainsi que les contraintes microscopiques σ_{ij} .

Les déformations microscopiques totales et hygroscopiques dans le repère cylindrique de la fibre sont obtenues grâce aux relations 3.12 et 3.14. Elles sont fonction de ΔH . A partir de ces déformations microscopiques dans le repère (r, θ , z), il est possible de déterminer les déformations microscopiques totales et hygroscopiques $\epsilon_{micro_{ij}}^h$ dans le repère cartésien (x, y, z) en passant du repère cylindre au repère cartésien (relation 3.21).

$$\begin{aligned} [\epsilon^{tot}]_{(x,y,z)} &= T_2 [\epsilon^{tot}]_{(r,\theta,z)} \\ [\epsilon^h]_{(x,y,z)} &= T_2 [\epsilon^h]_{(r,\theta,z)} \end{aligned} \quad (3.21)$$

avec :

$$T_2 = \begin{pmatrix} \cos(\theta)^2 & \sin(\theta)^2 & 0 & 0 & 0 & \cos(\theta)\sin(\theta) \\ \sin(\theta)^2 & \cos(\theta)^2 & 0 & 0 & 0 & -\cos(\theta)\sin(\theta) \\ 0 & 0 & 1 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \cos(\theta) & -\sin(\theta) & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \sin(\theta) & \cos(\theta) & 0 \\ -2\cos(\theta)\sin(\theta) & 2\cos(\theta)\sin(\theta) & 0 & 0 & 0 & \cos(\theta)^2 - \sin(\theta)^2 \end{pmatrix}$$

La relation 3.15 permet de déterminer les contraintes microscopiques dans le repère (r, θ, z) . Comme pour les déformations microscopiques totales et hygroscopiques, un passage du repère cylindrique au repère cartésien est nécessaire, ce passage est explicité par la relation 3.22.

$$[\sigma]_{(x,y,z)} = T_1[\sigma]_{(r,\theta,z)} \quad (3.22)$$

avec :

$$T_1 = \begin{pmatrix} \cos(\theta)^2 & \sin(\theta)^2 & 0 & 0 & 0 & 2\cos(\theta)\sin(\theta) \\ \sin(\theta)^2 & \cos(\theta)^2 & 0 & 0 & 0 & 2\cos(\theta)\sin(\theta) \\ 0 & 0 & 1 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \cos(\theta) & -\sin(\theta) & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \sin(\theta) & \cos(\theta) & 0 \\ -\cos(\theta)\sin(\theta) & \cos(\theta)\sin(\theta) & 0 & 0 & 0 & \cos(\theta)^2 - \sin(\theta)^2 \end{pmatrix}$$

- Grandeurs macroscopiques

Suite à ce changement de base, les déformations et les contraintes microscopiques obtenues sont alors moyennées sur la surface correspondante à chacun des sous-couches. L'expression de ces déformations totales et hygroscopiques macroscopiques est donnée par la relation 3.23 dans le repère (x, y, z) :

$$\begin{aligned} \bar{\epsilon}_{ij}^{tot} &= \frac{1}{V} \int \epsilon_{ij_{x,y,z}}^{tot} dV = \frac{1}{S} \int \epsilon_{ij_{x,y,z}}^{tot} x dx dy \\ \bar{\epsilon}_{ij}^h &= \frac{1}{V} \int \epsilon_{ij_{x,y,z}}^h dV = \frac{1}{S} \int \epsilon_{ij_{x,y,z}}^h x dx dy \end{aligned} \quad (3.23)$$

Les contraintes microscopiques obtenues après le passage de (r, θ, z) vers (x, y, z) , sont aussi moyennées sur la surface. L'expression de ces contraintes macroscopiques est donnée par la relation 3.24 dans le repère (x, y, z) .

$$\bar{\sigma}_{ij} = \frac{1}{V} \int_S \sigma_{ij_{x,y,z}} dV = \frac{1}{S} \int_S \sigma_{ij_{x,y,z}} x dx dy \quad (3.24)$$

Un modèle de comportement élastique linéaire permet de relier le tenseur des déformations macroscopiques moyen à celui des contraintes macroscopique moyen. On obtient ainsi

$$\bar{\epsilon}_{ij_{(x,y,z)}} = \bar{S}_{ijkl_{(x,y,z)}} \bar{\sigma}_{kl_{(x,y,z)}} \quad (3.25)$$

Où les \bar{S}_{ijkl} sont les composantes du tenseur des souplesses macroscopiques \bar{S} .

Grâce à la relation 3.25 et à la connaissance des tenseurs $\bar{\epsilon}$ et $\bar{\sigma}$, il est possible de déterminer certaines composantes du tenseur des souplesses \bar{S} pour différents cas de char-

gement. Ces composantes peuvent également être déterminées à partir du tenseur des souplesses exprimé dans le repère (r, θ, z) en effectuant un passage du repère cylindrique au repère cartésien (relation 3.26).

$$\bar{\bar{S}}_{(x,y,z)} = (T_2) * \bar{\bar{S}}_{(r,\theta,z)} * (T_1)^{-1} \quad (3.26)$$

Les matrices T_1 et T_2 ont été exprimées précédemment.

3.1.1.2.4 Bilan du modèle analytique

L'objectif du modèle analytique est de déterminer les constantes du tenseur des souplesses de la fibre de lin dans le repère (x, y, z) (équation 3.27).

$$S_{(x,y,z)} = \begin{pmatrix} S_{11} & S_{12} & S_{13} & S_{14} & 0 & 0 \\ S_{12} & S_{22} & S_{23} & S_{24} & 0 & 0 \\ S_{13} & S_{23} & S_{33} & S_{34} & 0 & 0 \\ S_{14} & S_{24} & S_{34} & S_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & S_{55} & S_{56} \\ 0 & 0 & 0 & 0 & S_{56} & S_{66} \end{pmatrix} \quad (3.27)$$

La première partie du modèle, présentée dans le paragraphe 3.1.1.1, a permis d'estimer les propriétés hygro-mécaniques des sous-couches en fonction de celles de la cellulose, de l'hémicellulose et de la lignine. Cette première partie correspond au premier changement d'échelle à savoir le passage de l'échelle microscopique à l'échelle mésoscopique.

La deuxième partie du modèle, présentée dans le paragraphe 3.1.1.2 correspond au deuxième changement d'échelle, c'est-à-dire au passage du mésoscopique au macroscopique. Cette partie est basée sur l'obtention d'un champ de déplacement dû à une superposition de sollicitations de traction longitudinale, de pression interne ou externe et de torsion. Par la suite, il a été possible de déterminer les déformations et les contraintes macroscopiques dans le repère cartésien de la fibre.

Les différents cas de chargement, présentés dans les paragraphes suivants, sont utilisés afin d'obtenir les différentes constantes d'intégration a , b , c , d , C , et D , qui interviennent dans le calcul des déformations (relations 3.12 et 3.14) et des contraintes (relation 3.15) pour aboutir aux composantes du tenseur des souplesses (équation 3.25). Comme le champ de déplacement (relation 3.11) est indépendant de θ , les déformations totales $\epsilon_{r\theta}^{tot}$ et ϵ_{rz}^{tot} sont nulles. Les coefficients d'hygroexpansion $\beta_{r\theta}$ et β_{rz} et les déformations hygroscopiques $\epsilon_{r\theta}^h$ et ϵ_{rz}^h sont nuls. Alors il n'est pas possible de déterminer les constantes de souplesse

S_{56} et S_{66} . Il reste donc seulement 10 constantes du tenseur des souplesses à obtenir, à savoir S_{11} , S_{12} , S_{13} , S_{14} , S_{22} , S_{23} , S_{24} , S_{33} , S_{34} et S_{44} et 4 coefficients d'hygroexpansion β_{xx} , β_{yy} , β_{zz} et β_{yz} (relation 3.14).

Chaque cas de chargement permet de déterminer étape par étape les composantes des tenseurs des souplesses et d'hygroexpansion. Le cas de chargement correspondant à la dilatation libre (voir paragraphe 3.1.1.2.5) permet d'obtenir les coefficients d'hygroexpansion β_{rr} , $\beta_{\theta\theta}$, β_{zz} et $\beta_{\theta z}$. Les trois autres cas de chargement, décrits dans le paragraphe 3.1.1.2.6 permet d'obtenir les dix composantes du tenseur des souplesses.

3.1.1.2.5 Dilatation libre : estimation des coefficients macroscopiques de dilatation hygroscopique

Afin d'effectuer cette estimation, la géométrie retenue est un assemblage de trois cylindres concentriques de longueur L représentant les sous-couches de la fibre (Figure 3.5).

On désigne par r_1 et r_4 les rayons intérieur et extérieur de l'assemblage des trois cylindres et par r_2 et r_3 , les interfaces $S_3 - S_2$ et $S_2 - S_1$ respectivement. Les valeurs prises pour les différents rayons sont fonction de l'épaisseur de chaque sous-couche et du diamètre moyen d'une fibre élémentaire de lin. Ces valeurs seront données dans le paragraphe 3.2.

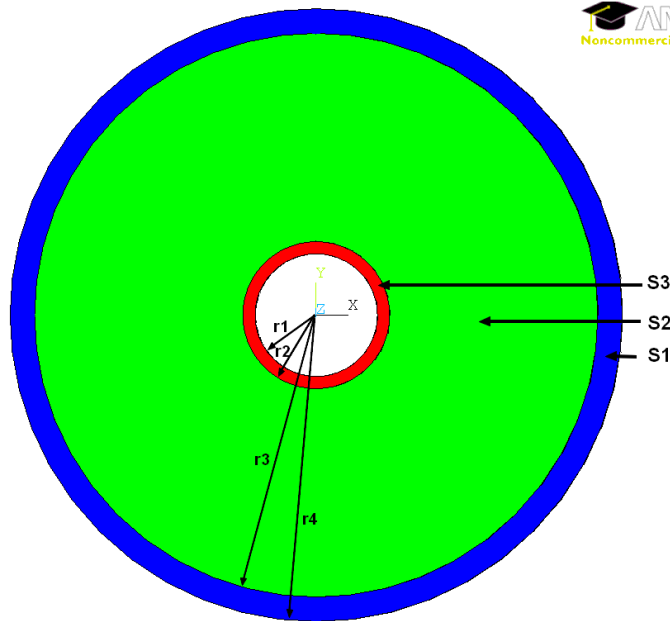


FIG. 3.5 – Modélisation d'une fibre de lin en configuration cylindrique : S_3 est en rouge, S_2 en vert et S_1 en bleu

Les trois cylindres sont bloqués en $z=0$ suivant les axes θ et z (Figure 3.6). Alors $v(r,z) = w(z) = 0$ en $z = 0$ donc $b = d = 0$ (relation 3.18).

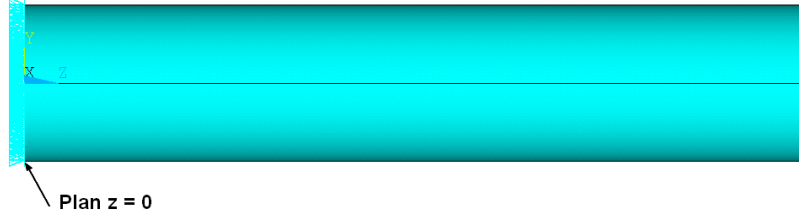


FIG. 3.6 – Conditions aux limites pour la dilatation libre

Il faut ensuite écrire les différentes conditions aux limites sur ces trois cylindres concentriques :

- continuité des déplacements aux interfaces :

pour l'interface $S_3 - S_2$, on a :

$$u^3(r_2) = u^2(r_2) \quad (3.28)$$

$$v^3(r_2, z) = v^2(r_2, z) \quad (3.29)$$

$$w^3(z) = w^2(z) \quad (3.30)$$

pour l'interface $S_2 - S_1$, on a :

$$u^2(r_3) = u^1(r_3) \quad (3.31)$$

$$v^2(r_3, z) = v^1(r_3, z) \quad (3.32)$$

$$w^2(z) = w^1(z) \quad (3.33)$$

- conditions aux limites à l'extérieur et à l'intérieur de l'assemblage

$$\sigma_{rr}^3(r_1) = -p_1 \quad (3.34)$$

$$\sigma_{rr}^1(r_4) = -p_2 \quad (3.35)$$

- continuité du vecteur contrainte aux interfaces

$$\sigma_{rr}^3(r_2) = \sigma_{rr}^2(r_2) \quad (3.36)$$

$$\sigma_{rr}^2(r_3) = \sigma_{rr}^1(r_3) \quad (3.37)$$

- conditions de force résultante et de moment résultant nuls en $z = L$ (conditions limites globales)

$$F = \int_S \sigma_{zz} dS = \int \sigma_{zz} 2\pi r dr = 0 \quad (3.38)$$

$$M = \int_S \sigma_{\theta z} r dS = \int \sigma_{\theta z} 2\pi r^2 dr = 0 \quad (3.39)$$

En prenant les équations 3.28 et 3.31, on trouve $a_1 = a_2 = a_3 = a \quad \forall z$, et en utilisant les équations 3.30 et 3.33, on obtient $c_1 = c_2 = c_3 = c \quad \forall z$.

Le champ de déplacement dans le repère de la fibre s'écrit alors :

$$\begin{aligned} \text{Pour } S_3 \quad u_3(r) &= C_3 r^{\mu_3} + D_3 r^{-\mu_3} + E_3 a r + F_3 \bar{\beta}_3 \Delta H + G_3 c r^2 \\ \text{Pour } S_2 \quad u_2(r) &= C_2 r^{\mu_2} + D_2 r^{-\mu_2} + E_2 a r + F_2 \bar{\beta}_2 \Delta H + G_2 c r^2 \\ \text{Pour } S_1 \quad u_1(r) &= C_1 r^{\mu_1} + D_1 r^{-\mu_1} + E_1 a r + F_1 \bar{\beta}_1 \Delta H + G_1 c r^2 \\ \text{Quel que soit} \quad v(r, z) &= r c z \\ \text{la couche} \quad w(z) &= a z \end{aligned} \quad (3.40)$$

Finalement, il ne reste que huit inconnues à déterminer : a , c , C_1 , C_2 , C_3 , D_1 , D_2 et D_3 , avec les indices 1, 2 et 3 qui représentent respectivement S_1 , S_2 et S_3 .

En développant les équations 3.28, 3.31, 3.34, 3.35, 3.36, 3.37, 3.38 et 3.39, et en prenant $p_1 = p_2 = 0$, car on se place aux frontières de la fibre ne subissant aucune pression interne ou externe, on obtient un système de huit équations à huit inconnues donné par la relation 3.41 :

$$\begin{bmatrix} R_{11} & R_{12} & R_{13} & R_{14} & R_{15} & R_{16} & R_{17} & R_{18} \\ R_{21} & R_{22} & R_{23} & R_{24} & R_{25} & R_{26} & R_{27} & R_{28} \\ R_{31} & R_{32} & R_{33} & R_{34} & R_{35} & R_{36} & R_{37} & R_{38} \\ R_{41} & R_{42} & R_{43} & R_{44} & R_{45} & R_{46} & R_{47} & R_{48} \\ R_{51} & R_{52} & R_{53} & R_{54} & R_{55} & R_{56} & R_{57} & R_{58} \\ R_{61} & R_{62} & R_{63} & R_{64} & R_{65} & R_{66} & R_{67} & R_{68} \\ R_{71} & R_{72} & R_{73} & R_{74} & R_{75} & R_{76} & R_{77} & R_{78} \\ R_{81} & R_{82} & R_{83} & R_{84} & R_{85} & R_{86} & R_{87} & R_{88} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} a \\ c \\ C_1 \\ C_2 \\ C_3 \\ D_1 \\ D_2 \\ D_3 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} Y_1 \\ Y_2 \\ Y_3 \\ Y_4 \\ Y_5 \\ Y_6 \\ Y_7 \\ Y_8 \end{bmatrix} \Delta H \quad (3.41)$$

La résolution de ce système permet de calculer les inconnues a , c , C_1 , C_2 , C_3 , D_1 , D_2 et D_3 . Ainsi il est possible d'exprimer le champ de déplacement et donc les déformations totales (relation 3.12) et hygroscopiques (relation 3.14) en fonction de ΔH dans le repère cylindrique (r, θ, z) de la fibre. Les déformations macroscopiques sont obtenues selon la procédure présentée dans le paragraphe 3.1.1.2.3.

Enfin, les coefficients macroscopiques d'hygroexpansion $\beta_{macro_{ij}}$ peuvent être déterminés grâce aux déformations hygroscopiques macroscopiques (relation 3.23) dans la base (x,y,z) (relation 3.42).

$$\epsilon_{ij}^h = \beta_{macro_{ij}} \Delta H \quad (3.42)$$

3.1.1.2.6 Présentation des cas de chargement pour la détermination des constantes de souplesse

Afin de déterminer les propriétés hygro-mécaniques de la fibre, différents cas de chargement sont effectués sous Matlab et Ansys pour obtenir les constantes du tenseur des souplesses de la fibre. Il faut rappeler que quel que soit le cas de chargement choisi, les expressions des déformations totales et hygroscopiques et des contraintes (relations 3.12, 3.13 et 3.14) ne changent pas, seules les constantes a , c , C_1 , C_2 , C_3 , D_1 , D_2 et D_3 dépendent des conditions limites imposées.

- Premier cas de chargement : dilatation contrainte suivant l'axe \vec{z}

Ce chargement permet de déterminer les composantes \bar{S}_{13} , \bar{S}_{23} , \bar{S}_{33} , \bar{S}_{34} de tenseur des souplesses de la fibre.

Le déplacement de tous les points appartenant aux plans $z=0$ et $z=L$ sont bloqués suivant \vec{z} , le déplacement des points appartenant au plan $x=0$ est bloqué suivant \vec{x} , et celui des points appartenant au plan $y=0$ est bloqué suivant \vec{y} (Figure 3.7). On génère ainsi une contrainte de compression, notée σ_{zz} .

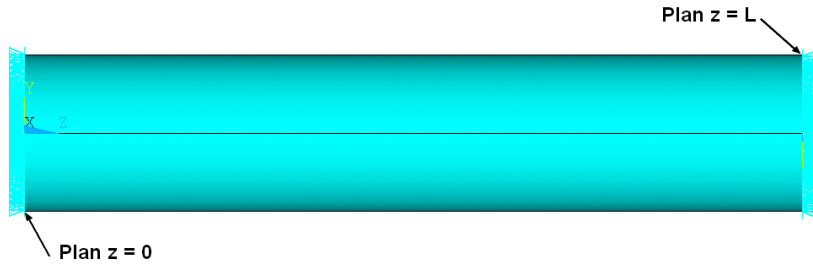


FIG. 3.7 – Conditions aux limites pour la dilatation contrainte suivant l'axe \vec{z}

Le déplacement suivant \vec{z} , déterminé par la relation 3.40, s'écrit :

$$w(z) = az$$

Suivant les conditions aux limites décrites précédemment, on obtient alors :

$$w(L) = 0 \quad \text{donc} \quad a = 0$$

Il ne reste donc que 7 inconnues ($c, C_1, C_2, C_3, D_1, D_2, D_3$) à déterminer. De plus, comme on bloque la dilatation en $z=L$, la force résultante n'est plus nulle et donc l'équation 3.38 n'est plus valable. On a alors la relation suivante :

$$\begin{pmatrix} R_{12} & R_{13} & R_{14} & R_{15} & R_{16} & R_{17} & R_{18} \\ R_{22} & R_{23} & R_{24} & R_{25} & R_{26} & R_{27} & R_{28} \\ R_{32} & R_{33} & R_{34} & R_{35} & R_{36} & R_{37} & R_{38} \\ R_{42} & R_{43} & R_{44} & R_{45} & R_{46} & R_{47} & R_{48} \\ R_{52} & R_{53} & R_{54} & R_{55} & R_{56} & R_{57} & R_{58} \\ R_{62} & R_{63} & R_{64} & R_{65} & R_{66} & R_{67} & R_{68} \\ R_{82} & R_{83} & R_{84} & R_{85} & R_{86} & R_{87} & R_{88} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} c \\ C_1 \\ C_2 \\ C_3 \\ D_1 \\ D_2 \\ D_3 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} X_1 \\ X_2 \\ X_3 \\ X_4 \\ X_5 \\ X_6 \\ X_7 \end{pmatrix} \Delta H$$

L'expression des contraintes, fonction des déformations totales et hygroscopiques dans le repère cylindrique (r, θ, z) (relation 3.15), est donnée par la relation 3.43.

$$\begin{aligned} \sigma_{rr} &= (\mu C_{11} + C_{12})Cr^{\mu-1} + (C_{12} - \mu C_{11})Dr^{-\mu-1} + ((C_{11} + C_{12})E + C_{13})a + \\ &\quad ((2C_{11} + C_{12})G + C_{14})cr + ((C_{11} + C_{12})F\bar{\beta} - (C_{11}\beta_{rr} + C_{12}\beta_{\theta\theta} + C_{13}\beta_{zz} + 2C_{14}\beta_{\theta z}))\Delta H \\ \sigma_{\theta\theta} &= (\mu C_{12} + C_{22})Cr^{\mu-1} + (C_{22} - \mu C_{12})Dr^{-\mu-1} + ((C_{12} + C_{22})E + C_{23})a + \\ &\quad ((2C_{12} + C_{22})G + C_{24})cr + ((C_{12} + C_{22})F\bar{\beta} - (C_{12}\beta_{rr} + C_{22}\beta_{\theta\theta} + C_{23}\beta_{zz} + 2C_{24}\beta_{\theta z}))\Delta H \\ \sigma_{zz} &= (\mu C_{13} + C_{23})Cr^{\mu-1} + (C_{23} - \mu C_{13})Dr^{-\mu-1} + ((C_{13} + C_{23})E + C_{33})a + \\ &\quad ((2C_{13} + C_{23})G + C_{34})cr + ((C_{13} + C_{23})F\bar{\beta} - (C_{13}\beta_{rr} + C_{23}\beta_{\theta\theta} + C_{33}\beta_{zz} + 2C_{34}\beta_{\theta z}))\Delta H \\ \sigma_{\theta z} &= (\mu C_{14} + C_{24})Cr^{\mu-1} + (C_{24} - \mu C_{14})Dr^{-\mu-1} + ((C_{14} + C_{24})E + C_{34})a + \\ &\quad ((2C_{14} + C_{24})G + C_{44})cr + ((C_{14} + C_{24})F\bar{\beta} - (C_{14}\beta_{rr} + C_{24}\beta_{\theta\theta} + C_{34}\beta_{zz} + 2C_{44}\beta_{\theta z}))\Delta H \end{aligned} \quad (3.43)$$

Le comportement de la fibre est considéré comme monoclinique. Donc il est possible de déterminer certaines constantes du tenseur des souplesses grâce à la relation de comportement donnée par la relation 3.44 :

$$\begin{pmatrix} \bar{\epsilon}_{xx}^{elastique} \\ \bar{\epsilon}_{yy}^{elastique} \\ \bar{\epsilon}_{zz}^{elastique} \\ \bar{\epsilon}_{yz}^{elastique} \\ \bar{\epsilon}_{xz}^{elastique} \\ \bar{\epsilon}_{xy}^{elastique} \end{pmatrix} = \begin{bmatrix} \bar{S}_{11} & \bar{S}_{12} & \bar{S}_{13} & \bar{S}_{14} & 0 & 0 \\ \bar{S}_{12} & \bar{S}_{22} & \bar{S}_{23} & \bar{S}_{24} & 0 & 0 \\ \bar{S}_{13} & \bar{S}_{23} & \bar{S}_{33} & \bar{S}_{34} & 0 & 0 \\ \bar{S}_{14} & \bar{S}_{24} & \bar{S}_{34} & \bar{S}_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \bar{S}_{55} & \bar{S}_{56} \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \bar{S}_{56} & \bar{S}_{66} \end{bmatrix} \begin{pmatrix} 0 \\ 0 \\ \bar{\sigma}_{zz} \\ 0 \\ 0 \\ 0 \end{pmatrix} \quad (3.44)$$

Ici, les contraintes $\bar{\sigma}_{xx}$, $\bar{\sigma}_{yy}$, $\bar{\sigma}_{yz}$, $\bar{\sigma}_{xz}$ et $\bar{\sigma}_{xy}$ sont nulles. Les déformations élastiques macroscopiques sont exprimées en fonction des déformations totales et hygroscopiques macroscopiques (relation 3.45).

$$\bar{\epsilon}_{ij}^{elastique} = \bar{\epsilon}_{ij}^{tot} - \bar{\epsilon}_{ij}^h \quad (3.45)$$

On peut donc déterminer 4 constantes du tenseur des souplesses (relation 3.46).

$$\begin{cases} \bar{\epsilon}_{xx}^{elastique} = \bar{S}_{13} \bar{\sigma}_{zz} \\ \bar{\epsilon}_{yy}^{elastique} = \bar{S}_{23} \bar{\sigma}_{zz} \\ \bar{\epsilon}_{zz}^{elastique} = \bar{S}_{33} \bar{\sigma}_{zz} \\ 2\bar{\epsilon}_{yz}^{elastique} = \bar{S}_{34} \bar{\sigma}_{zz} \end{cases} \quad (3.46)$$

Le résultat de ce calcul sera comparé aux constantes de souplesse obtenues grâce à l'équation 3.26.

- Deuxième cas de chargement : rotation de torsion contrainte autour de l'axe z

Ce cas de chargement permet de déterminer les composantes \bar{S}_{14} , \bar{S}_{24} , \bar{S}_{34} , \bar{S}_{44} du tenseur des souplesses de la fibre.

Le déplacement de tous les points appartenant aux plans $z=0$ et $z=L$ sont bloqués suivant $\vec{\theta}$ (Figure 3.8). On génère ainsi une contrainte de torsion, notée $\sigma_{\theta z}$.

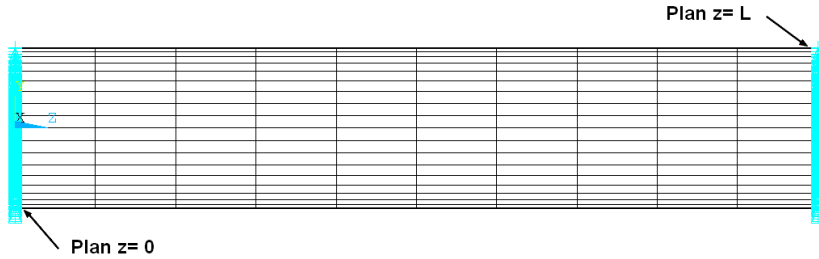


FIG. 3.8 – Conditions aux limites pour la torsion contrainte autour de l'axe \vec{z}

Le déplacement suivant $\vec{\theta}$, déterminé par la relation 3.18 s'écrit :

$$v(z) = r(cz + d)$$

Suivant les conditions limites décrites précédemment, on obtient alors :

$$\begin{aligned} v(0) &= 0 & \text{donc } d &= 0 \\ v(L) &= 0 & \text{donc } c &= 0 \end{aligned}$$

TAB. 3.1 –

Il ne reste donc que 7 inconnues ($a, C_1, C_2, C_3, D_1, D_2, D_3$) à déterminer. De plus, comme on génère une contrainte de torsion grâce aux conditions aux limites, le moment résultant n'est plus nul, donc l'équation 3.39 n'est plus valable. On a alors la relation suivante :

$$\begin{pmatrix} R_{11} & R_{13} & R_{14} & R_{15} & R_{16} & R_{17} & R_{18} \\ R_{21} & R_{23} & R_{24} & R_{25} & R_{26} & R_{27} & R_{28} \\ R_{31} & R_{33} & R_{34} & R_{35} & R_{36} & R_{37} & R_{38} \\ R_{41} & R_{43} & R_{44} & R_{45} & R_{46} & R_{47} & R_{48} \\ R_{51} & R_{53} & R_{54} & R_{55} & R_{56} & R_{57} & R_{58} \\ R_{61} & R_{63} & R_{64} & R_{65} & R_{66} & R_{67} & R_{68} \\ R_{71} & R_{73} & R_{74} & R_{75} & R_{76} & R_{77} & R_{78} \end{pmatrix} \begin{Bmatrix} a \\ C_1 \\ C_2 \\ C_3 \\ D_1 \\ D_2 \\ D_3 \end{Bmatrix} = \begin{Bmatrix} Z_1 \\ Z_2 \\ Z_3 \\ Z_4 \\ Z_5 \\ Z_6 \\ Z_7 \end{Bmatrix} \Delta H$$

L'expression des contraintes, fonction des déformations totales et thermiques dans le repère cylindrique (r, θ, z) (relation 3.15) reste valable quel que soit le cas de chargement.

Le comportement de la fibre est toujours considéré comme monoclinique. Donc il est possible de déterminer certaines constantes du tenseur des souplesses grâce à la relation de comportement donnée par la relation 3.48. Les contraintes $\bar{\sigma}_{xx}$, $\bar{\sigma}_{yy}$, $\bar{\sigma}_{zz}$, $\bar{\sigma}_{xz}$ et $\bar{\sigma}_{xy}$ sont nulles. Les déformations élastiques macroscopiques sont exprimées en fonction des déformations totales et hygroscopiques macroscopiques (relation 3.47).

$$\bar{\epsilon}_{ij}^{elastique} = \bar{\epsilon}_{ij}^{tot} - \bar{\epsilon}_{ij}^h \quad (3.47)$$

$$\begin{Bmatrix} \bar{\epsilon}_{xx}^{elastique} \\ \bar{\epsilon}_{yy}^{elastique} \\ \bar{\epsilon}_{zz}^{elastique} \\ \bar{\epsilon}_{yz}^{elastique} \\ \bar{\epsilon}_{xz}^{elastique} \\ \bar{\epsilon}_{xy}^{elastique} \end{Bmatrix} = \begin{bmatrix} \bar{S}_{11} & \bar{S}_{12} & \bar{S}_{13} & \bar{S}_{14} & 0 & 0 \\ \bar{S}_{12} & \bar{S}_{22} & \bar{S}_{23} & \bar{S}_{24} & 0 & 0 \\ \bar{S}_{13} & \bar{S}_{23} & \bar{S}_{33} & \bar{S}_{34} & 0 & 0 \\ \bar{S}_{14} & \bar{S}_{24} & \bar{S}_{34} & \bar{S}_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \bar{S}_{55} & \bar{S}_{56} \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \bar{S}_{56} & \bar{S}_{66} \end{bmatrix} \begin{Bmatrix} 0 \\ 0 \\ 0 \\ \bar{\sigma}_{yz} \\ 0 \\ 0 \end{Bmatrix} \quad (3.48)$$

On peut donc déterminer 4 constantes du tenseur des souplesses (relation 3.49).

$$\left\{ \begin{array}{l} \bar{\epsilon}_{xx}^{elastique} = \bar{S}_{14} \bar{\sigma}_{yz} \\ \bar{\epsilon}_{yy}^{elastique} = \bar{S}_{24} \bar{\sigma}_{yz} \\ \bar{\epsilon}_{zz}^{elastique} = \bar{S}_{34} \bar{\sigma}_{yz} \\ 2\bar{\epsilon}_{yz}^{elastique} = \bar{S}_{44} \bar{\sigma}_{yz} \end{array} \right. \quad (3.49)$$

Le résultat de ce calcul sera comparé aux constantes de souplesse obtenues grâce à l'équation 3.26.

- Troisième cas de chargement : dilatation radiale avec contour intérieur bloqué

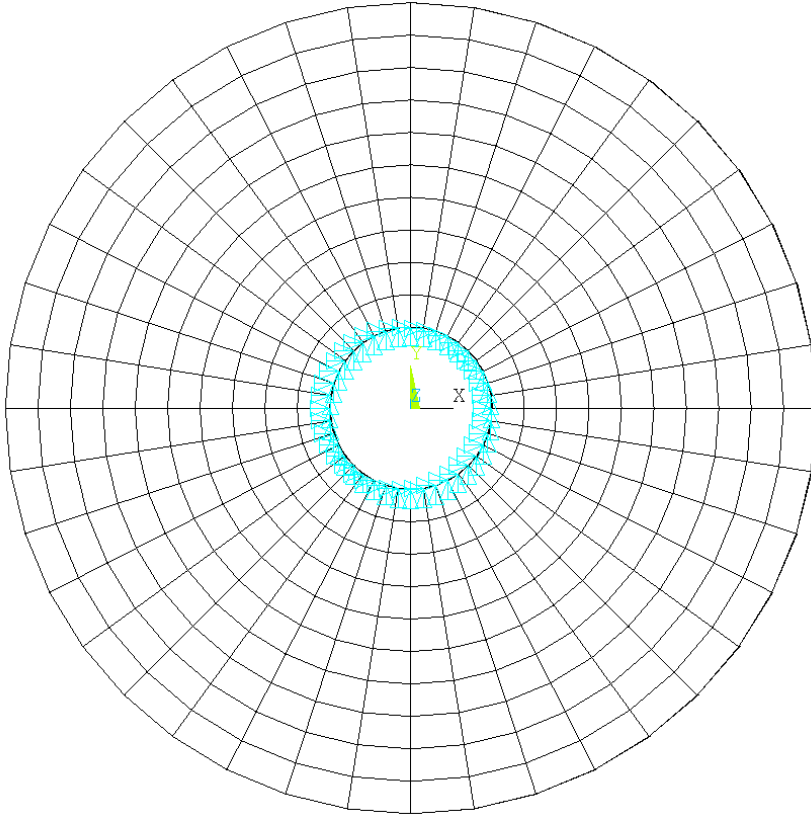


FIG. 3.9 – Conditions aux limites de la dilatation radiale avec contour intérieur bloqué

Le déplacement des points appartenant au contour intérieur est bloqué suivant \vec{r} (Figure 3.9). Les conditions aux limites données dans le paragraphe 3.1.1.2.3 restent valables, à l'exception de la condition aux limites sur le contour intérieur donnée par la relation 3.50.

$$u_r(r_1) = 0 \quad (3.50)$$

Le reste des calculs, pour les déformations (relations 3.23, 3.45) et les contraintes (relation 3.24), est inchangé par rapport aux deux premiers cas de chargement. Seules les contraintes σ_{xx} , σ_{yy} sont non nulles, donc on obtient la relation de comportement donnée par la relation 3.51

$$\begin{Bmatrix} \bar{\epsilon}_{xx}^{elastique} \\ \bar{\epsilon}_{yy}^{elastique} \\ \bar{\epsilon}_{zz}^{elastique} \\ \bar{\epsilon}_{yz}^{elastique} \\ \bar{\epsilon}_{xz}^{elastique} \\ \bar{\epsilon}_{xy}^{elastique} \end{Bmatrix} = \begin{bmatrix} \bar{S}_{11} & \bar{S}_{12} & \bar{S}_{13} & \bar{S}_{14} & 0 & 0 \\ \bar{S}_{12} & \bar{S}_{22} & \bar{S}_{23} & \bar{S}_{24} & 0 & 0 \\ \bar{S}_{13} & \bar{S}_{23} & \bar{S}_{33} & \bar{S}_{34} & 0 & 0 \\ \bar{S}_{14} & \bar{S}_{24} & \bar{S}_{34} & \bar{S}_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \bar{S}_{55} & \bar{S}_{56} \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \bar{S}_{56} & \bar{S}_{66} \end{bmatrix} \begin{Bmatrix} \bar{\sigma}_{xx} \\ \bar{\sigma}_{yy} \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \end{Bmatrix} \quad (3.51)$$

On a donc un système de quatre équations (relation 3.52) avec sept constantes de souplesse mais \bar{S}_{13} , \bar{S}_{23} , \bar{S}_{14} et \bar{S}_{24} ont été déterminées grâce aux précédents chargements. Au final, il n'y a que les deux premières équations du système pour trois inconnues \bar{S}_{11} , \bar{S}_{12} et \bar{S}_{22} , donc ce système permet de vérifier les valeurs des déformations en fonction des contraintes et des constantes de souplesse obtenues grâce à la relation 3.26.

$$\begin{cases} \bar{\epsilon}_{xx}^{elastique} = \bar{S}_{11}\bar{\sigma}_{xx} + \bar{S}_{12}\bar{\sigma}_{yy} \\ \bar{\epsilon}_{yy}^{elastique} = \bar{S}_{12}\bar{\sigma}_{xx} + \bar{S}_{22}\bar{\sigma}_{yy} \\ \bar{\epsilon}_{zz}^{elastique} = \bar{S}_{13}\bar{\sigma}_{xx} + \bar{S}_{23}\bar{\sigma}_{yy} \\ 2\bar{\epsilon}_{yz}^{elastique} = \bar{S}_{14}\bar{\sigma}_{xx} + \bar{S}_{24}\bar{\sigma}_{yy} \end{cases} \quad (3.52)$$

Le modèle analytique, présenté dans le paragraphe précédent, est valable que l'on étudie une couche seule ou bien l'ensemble des trois couches et quelque soit le comportement hygro-mécanique du matériau. Dans les paragraphes suivants, nous proposons de traiter le problème par un modèle numérique. Pour cela, le code Ansys est utilisé. Les résultats obtenus avec le modèle analytique permettront de valider l'approche numérique.

3.1.2 Modèle numérique - Passage de l'échelle mésoscopique à l'échelle macroscopique

Ce paragraphe présente en détail le modèle numérique conçu sous le logiciel de simulation par éléments finis Ansys. Le modèle numérique développé est un modèle hygro-mécanique découplé. Ainsi la première étape de ce modèle concerne la prise en compte de l'hygroscopie en simulant la diffusion de l'eau au sein du matériau. Pour cela, on se sert des propriétés diffusionnelles et des conditions aux limites imposées à l'intérieur et à

l'extérieur de la fibre et qui correspondent à la teneur en eau à saturation du matériau. Dans un second temps, le calcul mécanique s'effectue en prenant comme chargement les résultats du calcul purement hygroscopique, exprimés sous la forme de champs hygroscopiques. Ils sont obtenus à saturation d'une fibre élémentaire. En pratique, le temps de saturation est très court : 0.15 s.

3.1.2.1 Géométrie adoptée

Deux géométries de base pour la fibre sont considérées : une géométrie idéale et une géométrie réelle. La géométrie idéale (Figure 3.10) correspond à un assemblage de cylindres concentriques représentant les sous-couches S_1 , S_2 et S_3 . Le diamètre moyen de la fibre est de $20\ \mu m$, il est issu de la littérature [109]. Le lumen représente 20% du rayon, les sous-couches S_1 , S_2 et S_3 représentent respectivement 10%, 85% et 5% de l'épaisseur totale de la fibre. Les cercles, ainsi modélisés, sont extrudés sur une longueur de 0.1 mm.

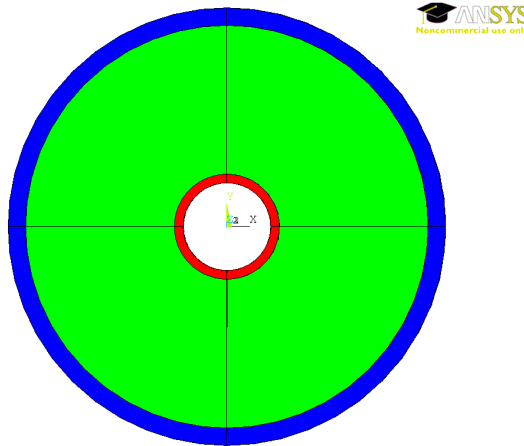


FIG. 3.10 – *Modélisation d'une fibre de lin, S_1 est en rouge, S_2 en vert et S_3 en bleu (géométrie cylindrique)*

La géométrie réelle d'une fibre de lin est extraite d'une image obtenue par microscopie optique (Figure 3.11). La modélisation pourra être testée sur un sous-faisceau de fibre (Figure 3.12)

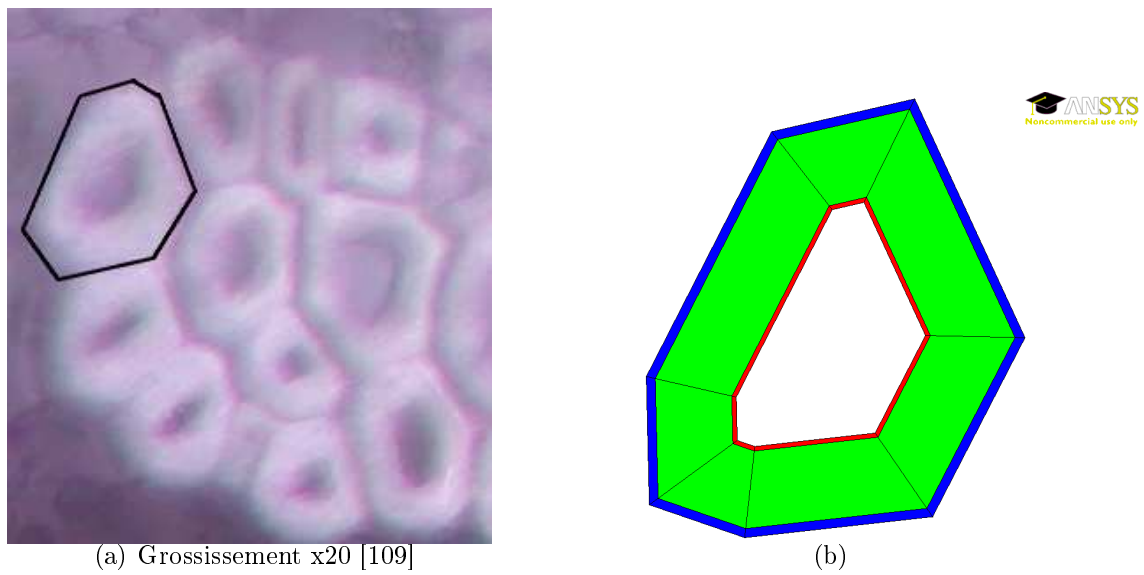


FIG. 3.11 – Géométrie réelle d'une fibre élémentaire de lin, (a) la fibre élémentaire vue au microscope optique, (b) la fibre élémentaire modélisée

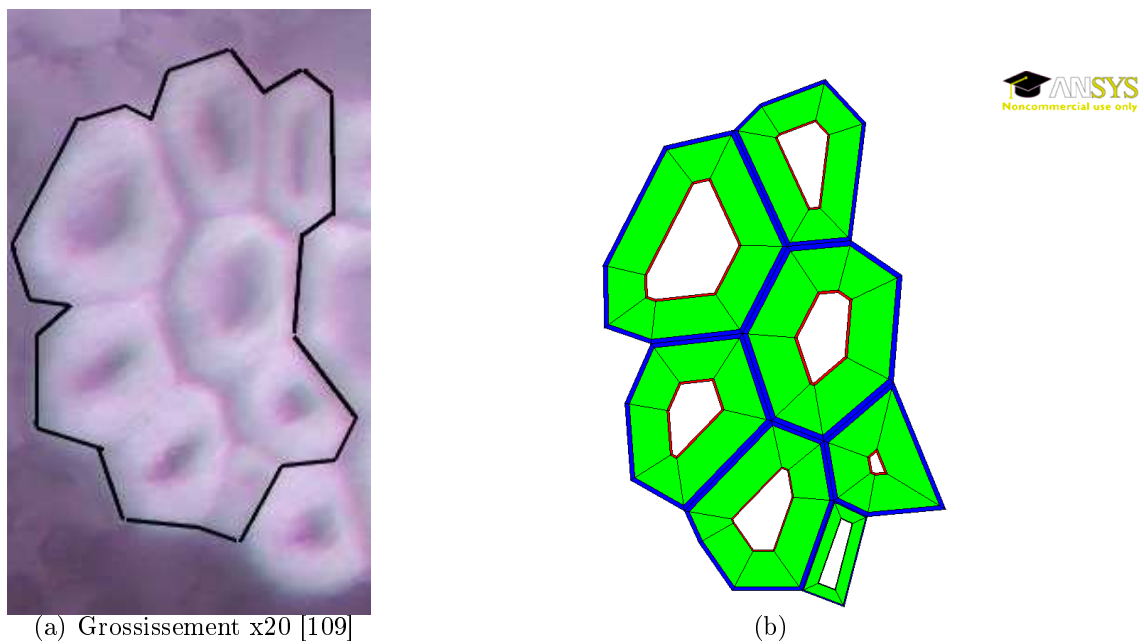


FIG. 3.12 – Géométrie réelle d'un sous-faisceau de fibres de lin, (a) le faisceau vu au microscope optique, (b) le sous-faisceau modélisé

3.1.2.2 Maillage et chargement hygroscopique

Dès que l'on met des fibres végétales ou un composite à base de fibres végétales en contact avec l'air ambiant, un phénomène d'absorption ou de désorption, qui est fonction

de la teneur en eau au sein des fibres et de l'humidité ambiante, survient au niveau des fibres. Mais ce phénomène n'est pas instantané. C'est pour cela que le chargement hygroscopique s'effectue par un modèle transitoire. Le type d'élément choisi est l'élément Solid70, qui est un élément 3D à 8 nœuds et qui a la température comme degré de liberté. Dans notre cas, la température correspond à l'humidité pour la fibre. La géométrie finie est alors maillée en choisissant toutes les aires (Figure 3.13). Les éléments ont une longueur de 0.01 mm dans le sens longitudinal (Figure 3.14). On associe ensuite à chaque volume la sous-couche correspondante.

Quand le maillage a été effectué, le chargement hygroscopique est appliqué aux nœuds du maillage appartenant aux bords intérieurs et extérieurs de la géométrie étudiée (Figure 3.15).

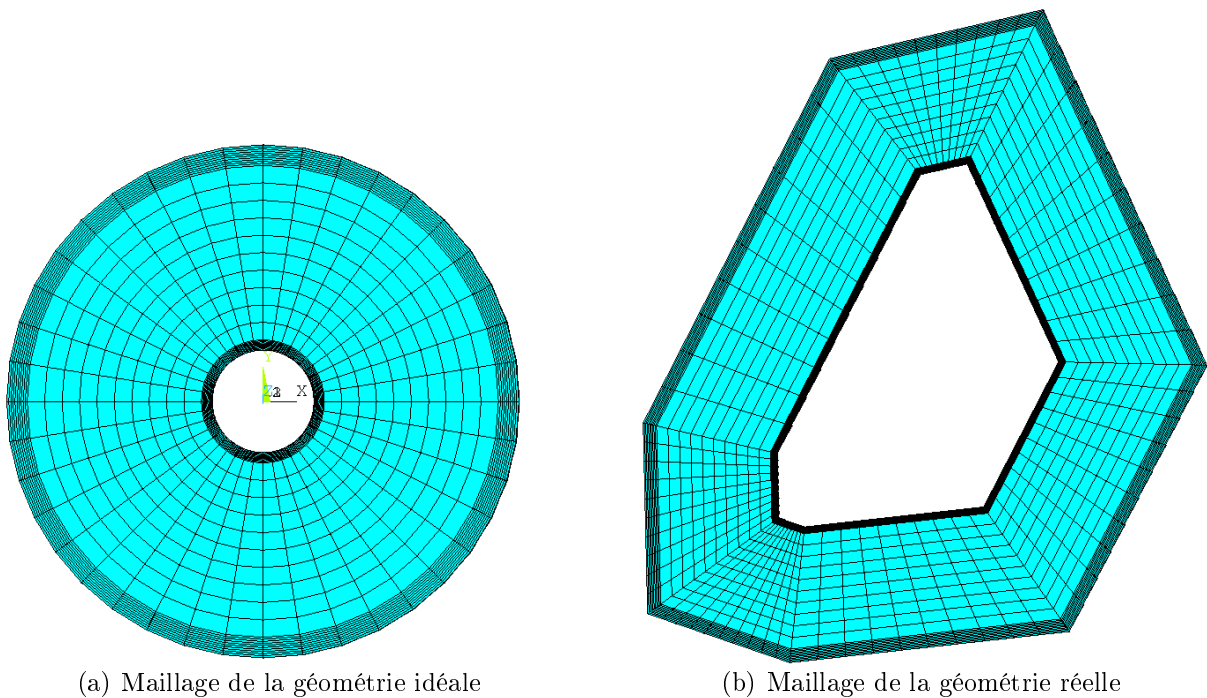


FIG. 3.13 – *Maillage des deux géométries adoptées*

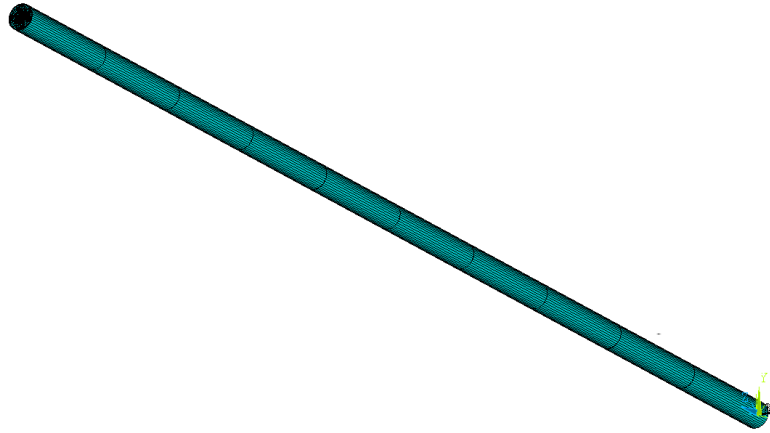


FIG. 3.14 – *Exemple de maillage pour la géométrie idéale dans le sens longitudinal de la fibre*

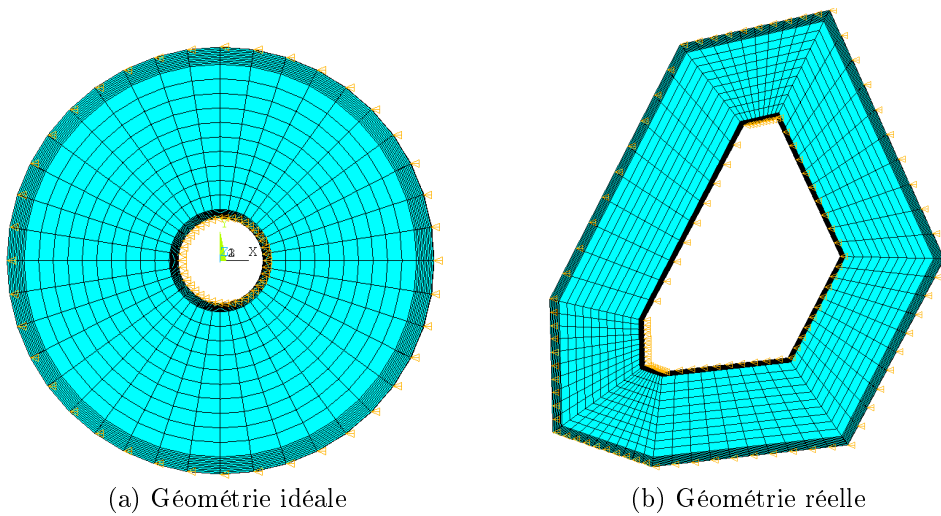


FIG. 3.15 – *Application du chargement extérieur sur la fibre de lin modélisée. a) Géométrie idéale; b) Géométrie réelle*

L'humidité appliquée correspond à la teneur en eau à saturation pour une humidité relative donnée. La figure 3.16 montre la distribution hygroscopique à saturation pour une fibre élémentaire modélisée idéale (Figure 3.15(a)) et pour une fibre élémentaire réelle (Figure 3.15(b)) à une humidité relative de 33%, ce qui correspond à une teneur en eau à saturation de 12%. Cette teneur en eau a été déterminée expérimentalement grâce la

relation 3.53.

$$H\% = \frac{m_h - m_0}{m_0} \quad (3.53)$$

avec :

- $H\%$, la teneur en eau au sein de l'échantillon,
- m_0 , la masse anhydre de l'échantillon,
- m_h , la masse de l'échantillon à l'équilibre pour une humidité relative donnée.

Ce champ hygroscopique, représenté par la figure 3.15, n'est pas uniforme dans toute la fibre, mais toutes les valeurs sont proches de 12% de teneur en eau, et donc la fibre sera considérée comme saturée en eau.

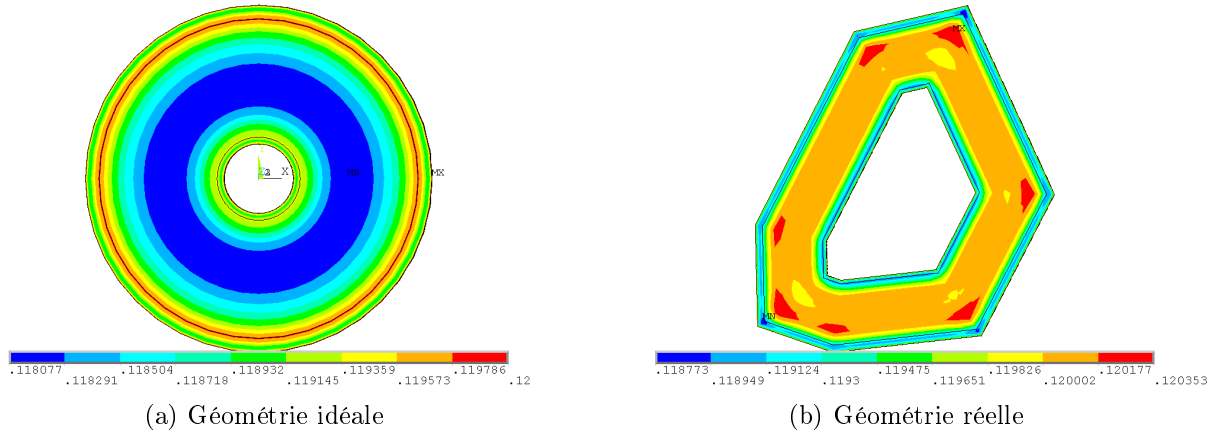


FIG. 3.16 – Exemple de distribution hygroscopique au sein de la fibre élémentaire modélisée pour une teneur en eau de 12%

3.1.2.3 Obtention des constantes de souplesse macroscopiques

Le but du modèle numérique est de déterminer le tenseur des souplesses macroscopiques de la fibre de lin à partir des propriétés hygro-mécaniques des sous-couches. Pour cela, il est nécessaire d'appliquer à la fibre différentes conditions aux limites suivant les constantes à obtenir. Les mêmes conditions aux limites, que celles utilisées pour le calcul analytique, sont appliquées. Puis l'homogénéisation est faite grâce à un calcul mécanique dont le chargement est le champ hygroscopique déterminé dans le paragraphe précédent.

Au début du calcul mécanique, il faut passer de la partie hygroscopique d'Ansys à la partie structure en changeant ainsi l'élément Solid70 en Solid185, qui est un élément structural 3D à 8 nœuds ou bien un élément stratifié. Dans les deux cas, Solid185 a

comme degrés de liberté les déplacements suivant les axes \vec{x} , \vec{y} et \vec{z} . Les propriétés hygro-mécaniques des sous-couches déterminées par le modèle analytique (paragraphe 3.1.1) sont introduites comme données de base, puis les conditions aux limites sont appliquées à la géométrie.

Tout d'abord, un premier cas de chargement est nécessaire afin de déterminer les coefficients d'hygroexpansion de la fibre de lin. Enfin, trois cas de chargement sont appliqués à la fibre pour déterminer le tenseur des souplesses de la fibre de lin. Ils permettent ainsi d'obtenir les différentes contraintes et déformations macroscopiques. Les cas de chargement sont décrits dans les paragraphes suivants.

3.1.2.3.1 Conditions aux limites pour la dilatation libre

Le cas de la dilatation libre est le premier cas de chargement, car il est permet de déterminer les déformations macroscopiques hygroscopiques et ainsi les coefficients d'hygroexpansion lorsque la fibre est exposée uniquement à l'atmosphère ambiante. Pour cela, le déplacement de tous les nœuds appartenant au plan $z=0$ est bloqué suivant l'axe \vec{z} , le déplacement des nœuds appartenant au plan $x=0$ est bloqué suivant \vec{x} et le déplacement des nœuds appartenant au plan $y=0$ est bloqué suivant \vec{y} pour que la fibre ne tourne pas sur elle-même. La figure 3.17 montre ce cas de chargement sur la géométrie réelle.

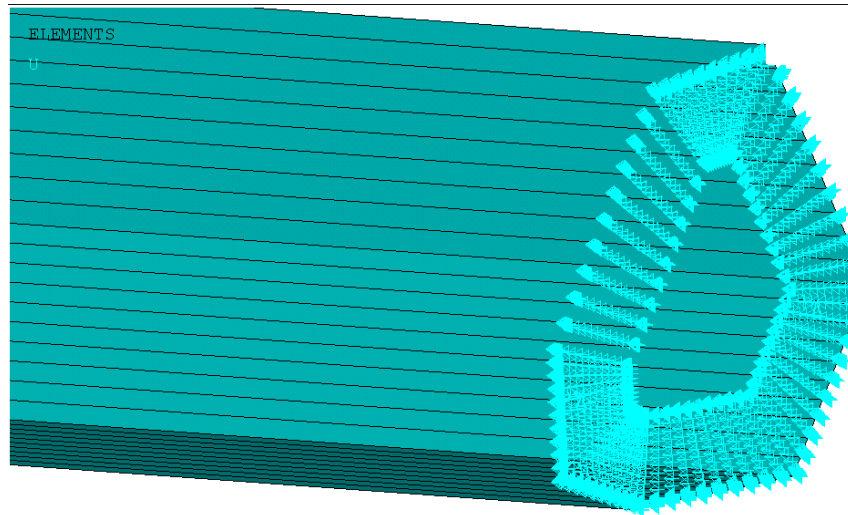


FIG. 3.17 – *Exemple de blocage des nœuds appartenant au plan $z=0$ mm pour la géométrie réelle*

Les mêmes conditions aux limites sont appliquées sur la géométrie idéale.

3.1.2.3.2 Conditions aux limites pour la contrainte de compression longitudinale

Afin de déterminer la contrainte de compression et les déformations élastiques de compression, les nœuds appartenant aux plans $z=0$ mm et $z=0,1$ mm sont bloqués suivant \vec{z} , contraignant la structure à se dilater suivant les axes \vec{x} et \vec{y} et créant ainsi des contraintes internes (Figure 3.18).

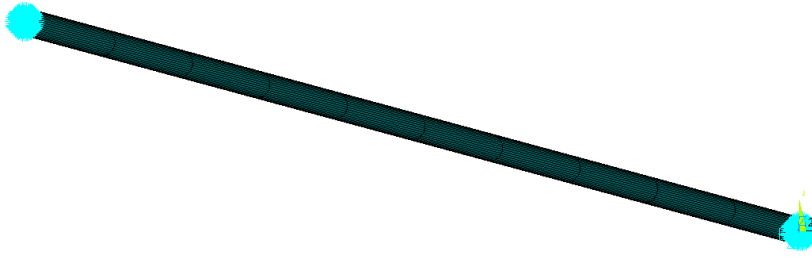


FIG. 3.18 – *Exemple de blocage des nœuds appartenant au plan $z=0$ mm et $z=0,10$ mm pour la géométrie idéale*

Suite à ce calcul, il est possible de déterminer les constantes de souplesse suivantes : \bar{S}_{13} , \bar{S}_{23} , \bar{S}_{33} et \bar{S}_{34} , car seule la contrainte suivant l'axe \vec{z} est non nulle comme décrit dans le paragraphe 3.1.1.2.4.

3.1.2.3.3 Conditions aux limites induisant une contrainte de torsion

L'obtention de la contrainte de torsion s'effectue grâce aux conditions limites suivantes : le déplacement des nœuds appartenant aux plans $z=0$ mm et $z=0,1$ mm est bloqué suivant les axes \vec{x} et \vec{y} comme le montre la figure 3.19.

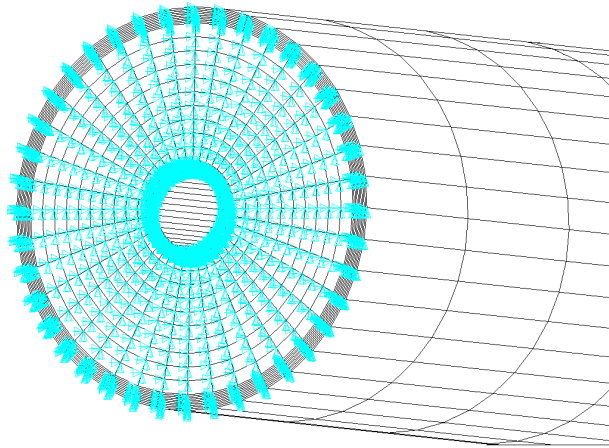


FIG. 3.19 – *Exemple de blocage des nœuds appartenant au plan $z=0$ mm suivant les axes x et y pour la géométrie idéale*

3.1.2.3.4 Conditions aux limites pour les contraintes radiale et tangentielle

Pour obtenir les déformations microscopiques et les contraintes de la structure suivant les axes \vec{x} et \vec{y} , tous les nœuds appartenant au cylindre intérieur pour la géométrie idéale ou aux aires intérieures pour la géométrie réelle sont bloqués en déplacement suivant \vec{x} et \vec{y} , et un de ces nœuds est bloqué suivant \vec{z} , afin de supprimer le mode rigide suivant cet axe (Figure 3.20).

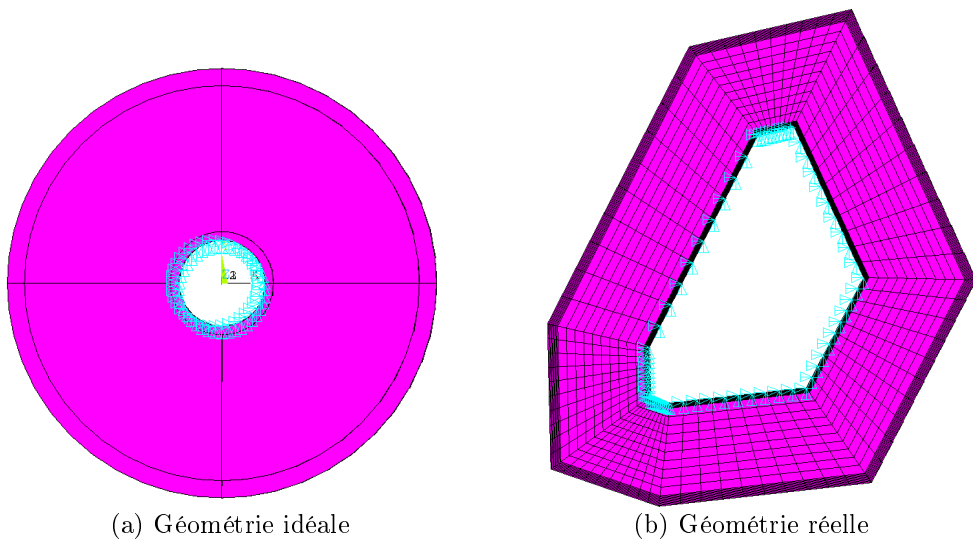


FIG. 3.20 – *Blocage des nœuds appartenant à la paroi du lumen pour les deux géométries*

3.1.2.3.5 Calcul mécanique

La dernière partie de ce modèle numérique consiste en le calcul mécanique permettant de déterminer les contraintes ainsi que les déformations totales, hygroscopiques et élastiques. Ce calcul s'effectue grâce à l'application, sur la structure, de la distribution d'humidité obtenue lors du calcul hygroscopique au bout de 0,15 s, temps nécessaire à la saturation de la fibre élémentaire. Suite à ces résultats, il est possible de déterminer les composantes du tenseur des souplesses.

3.1.2.4 Détermination du tenseur des souplesses du matériau étudié

Grâce à ces différents cas de chargement, il est possible de déterminer le tenseur des souplesses qui apparaît dans l'équation 3.54 qui fait intervenir les contraintes et les déformations macroscopiques totales et hygroscopiques. Ces contraintes et déformations sont obtenues grâce aux équations d'homogénéisation 3.55, 3.56 et 3.57. Les différentes intégrales sont approximées par des sommes discrètes sur tous les éléments finis de la structure.

$$[\sigma_{macro}] = \begin{bmatrix} \bar{S}_{11} & \bar{S}_{12} & \bar{S}_{13} & \bar{S}_{14} & 0 & 0 \\ \bar{S}_{12} & \bar{S}_{22} & \bar{S}_{23} & \bar{S}_{24} & 0 & 0 \\ \bar{S}_{13} & \bar{S}_{23} & \bar{S}_{33} & \bar{S}_{34} & 0 & 0 \\ \bar{S}_{14} & \bar{S}_{24} & \bar{S}_{34} & \bar{S}_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \bar{S}_{55} & \bar{S}_{56} \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \bar{S}_{56} & S\bar{S}_{66} \end{bmatrix} [\epsilon_{macro}^{total} - \epsilon_{macro}^{hygro}] \quad (3.54)$$

$$\begin{aligned} \epsilon_{macro_{ij}}^{total} &= \frac{1}{V} \int_V \epsilon_{ij} dV \\ &\approx \frac{1}{V} \sum_k \epsilon_{ij}^k \Delta V^k \end{aligned} \quad (3.55)$$

$$\begin{aligned} \epsilon_{macro_{ij}}^{hygro} &= \frac{1}{V} \int_V \epsilon_{ij} dV \\ &\approx \frac{1}{V} \sum_k \epsilon_{ij}^k \Delta V^k \end{aligned} \quad (3.56)$$

$$\begin{aligned} \sigma_{macro_{ij}} &= \frac{1}{V} \int_V \sigma_{ij} dV \\ &\approx \frac{1}{V} \sum_k \sigma_{ij}^k \Delta V^k \end{aligned} \quad (3.57)$$

Avec :

- k , l'indice pour chaque élément de la structure maillée,
- ΔV^k , le volume de chaque élément de la structure maillée,
- V , le volume total de la géométrie modélisée.

De plus, il est aussi possible de déterminer les coefficients d'hygroexpansion β_{xx} , β_{yy} , β_{zz} et β_{yz} , en utilisant l'équation 3.58.

$$\begin{pmatrix} \epsilon_{macro_{xx}}^h & \epsilon_{macro_{xy}}^h & \epsilon_{macro_{xz}}^h \\ \epsilon_{macro_{xy}}^h & \epsilon_{macro_{yy}}^h & \epsilon_{macro_{yz}}^h \\ \epsilon_{macro_{xz}}^h & \epsilon_{macro_{yz}}^h & \epsilon_{macro_{zz}}^h \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \beta_{xx} & 0 & 0 \\ 0 & \beta_{yy} & \beta_{yz} \\ 0 & \beta_{yz} & \beta_{zz} \end{pmatrix} \Delta H \quad (3.58)$$

Dans ce paragraphe, la méthode multi-échelle, mise en place pendant cette thèse, a été présentée. Deux modèles ont été développés : un modèle analytique et un modèle numérique. Chacun de ces modèles se base sur la même géométrie idéalisée de la fibre c'est-à-dire un assemblage en cylindres concentriques. Le modèle analytique permet d'appuyer les résultats du modèle numérique, qui sera testé sur la géométrie réelle de la fibre. Différents cas de chargement sont appliqués à la structure afin de déterminer les constantes du tenseur des souplesses et les coefficients d'hygro-expansion du matériau étudié. Ces différentes constantes sont obtenues pour différents comportements hygro-mécaniques du matériau. Ces deux modèles nécessitent de déterminer certaines données de bases du matériau. Certaines données sont issues de la littérature et d'autres comme les coefficients de diffusion de l'eau dans la fibre de lin et dans le composite sont déterminées expérimentalement. Ces données sont présentées dans le paragraphe suivant.

3.2 Identification des paramètres d'entrée pour le modèle multi-échelle

3.2.1 Paramètres du modèle analytique

Au niveau microscopique, les trois principaux constituants de la cellule végétale sont à la base de la modélisation. Leur taux respectif au sein des parois et leurs propriétés hygro-mécaniques permettent de déterminer les propriétés hygroscopiques et mécaniques des sous couches S_1 , S_2 et S_3 . Le taux de chaque constituant dans les sous couches de la fibre de lin n'étant pas connu, les valeurs utilisées dans ce travail sont celles issues de Marklund et al [69], pour les fibres de bois. Le tableau 3.2 donne les taux de cellulose, de hémicellulose et de lignine au sein de chaque sous couche de la fibre d'épicéa. Ces valeurs

ont été déterminées par Fengel [45] et par Panshin et deZeeuw [43] (voir figure 1.7).

Sous couche	Cellulose	Hémicellulose	Lignine
S_1	20	15	65
S_2	50	27	23
S_3	45	35	20

TAB. 3.2 – *Taux des constituants dans les sous-couches de la paroi végétale (%) [45]*

De plus, on considère que les couches S_2 et S_3 ont la même composition, car les données pour les constituants sont proches. Le tableau 3.3 donne les taux des principaux constituants dans chacune des sous couches de la cellule végétale utilisés dans le modèle analytique.

Sous couche	Cellulose	Hémicellulose	Lignine
S_1	20	15	65
S_2 et S_3	49	27	24

TAB. 3.3 – *Taux des constituants dans les sous-couches de la paroi végétale en pourcentage utilisés dans le modèle analytique*

Les travaux de Marklund et al. [69] et Persson [37] ont permis de montrer que les comportements mécaniques de la cellulose et de l'hémicellulose sont supposés isotropes transverses, et que celui de la lignine est supposé isotrope. Les propriétés mécaniques de la cellulose, de l'hémicellulose et de la lignine ont été déterminées à l'état sec. Elles sont présentées dans le tableau 3.4.

Constituant	Comportement Mécanique	E_L (GPa)	E_T (GPa)	G_{LT} (GPa)	ν_{LT}	ν_{TR}
Cellulose	Isotrope transverse	150	17,5	4,5	0,1	0,5
Hémicellulose	Isotrope transverse	8	3,4	1,2	0,33	0,43
Lignine	Isotrope	6			0,33	

TAB. 3.4 – *Propriétés mécaniques des constituants de la fibre végétale à l'état sec [69] [37]*

En plus des propriétés mécaniques de la cellulose, de l'hémicellulose et de la lignine, leurs propriétés hygroscopiques sont nécessaires à la modélisation. Les coefficients d'expansion issus de l'article de Cave [70] dans le repère de la microfibrille (R, T, L), sont données ci-dessous :

$$\beta^{Cellulose} = \begin{pmatrix} 0 \\ 0 \\ 0 \end{pmatrix} ; \quad \beta^{Hemicellulose} = \begin{pmatrix} 0 \\ 0,5 \\ 0,5 \end{pmatrix} ; \quad \beta^{Lignine} = \begin{pmatrix} 0,333 \\ 0,333 \\ 0,333 \end{pmatrix} \quad (3.59)$$

Leurs masses volumiques sont données dans le tableau 3.5.

Constituant	ρ (kg/m ³)
Cellulose	1550
Hémicellulose	1490
Lignine	1400

TAB. 3.5 – *Masse volumique des différents constituants utilisés dans le modèle analytique [37]*

La cellulose est considérée quasi-cristalline et non réactive avec l'humidité relative ambiante. C'est pour cela que ses propriétés hygroscopiques données dans la relation 3.59 sont nulles. Seules l'hémicellulose et la lignine interviennent dans le processus d'absorption de l'eau au sein de la fibre végétale. Cousins ([71, 82]) a montré l'influence de l'humidité relative sur les propriétés mécaniques de l'hémicellulose et la lignine (Figure 3.21) et sur leur teneur en eau respective (Figure 3.22).

La figure 3.21 montre que les propriétés mécaniques de l'hémicellulose diminuent plus fortement que celles de la lignine en fonction de l'humidité relative.

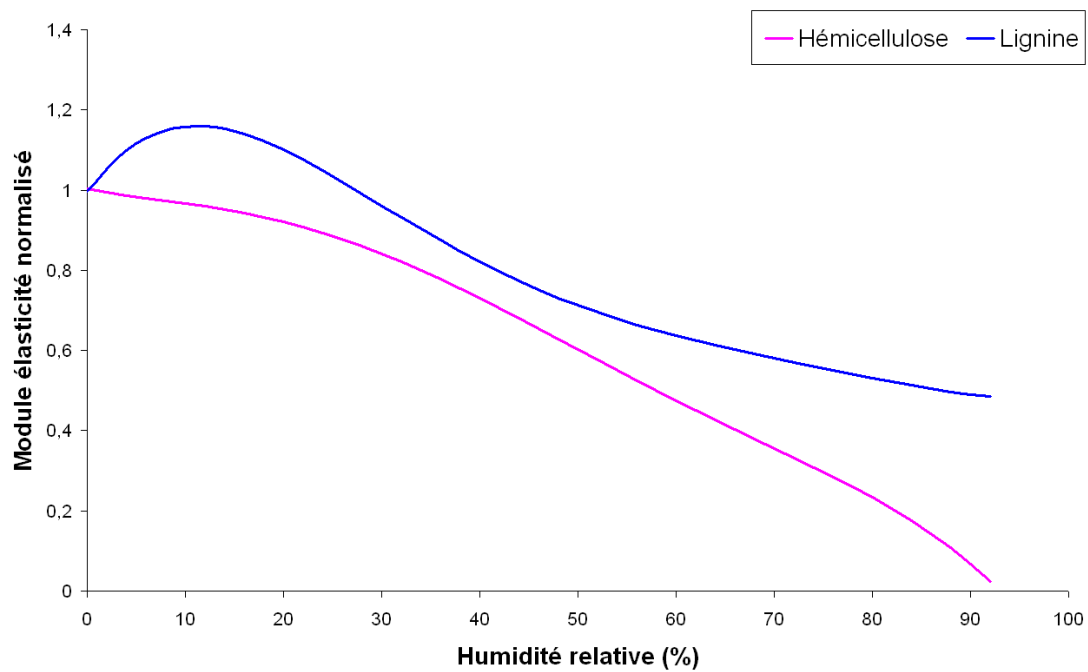


FIG. 3.21 – Evolution du module d'élasticité normalisé de l'hémicellulose et de la lignine en fonction de l'humidité relative [71, 82]

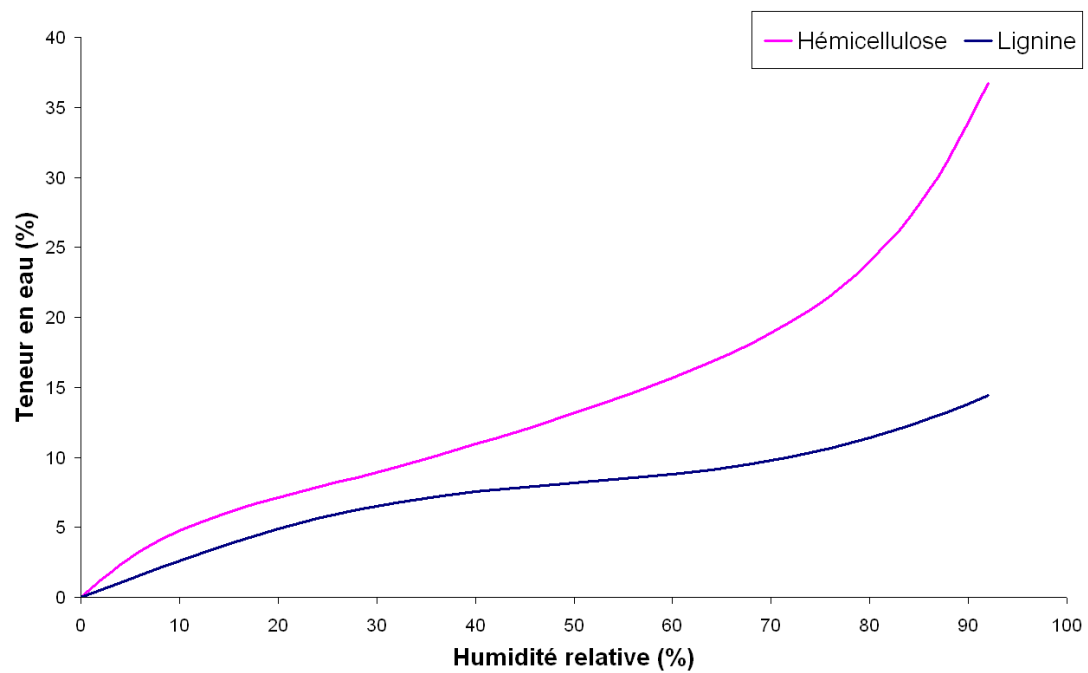


FIG. 3.22 – Evolution de la teneur en eau au sein de l'hémicellulose et de la lignine en fonction de l'humidité relative [71, 82]

L'influence plus forte de l'humidité sur l'hémicellulose par rapport à la lignine a déjà été montrée dans le paragraphe 1.3.3 car sa structure comporte des groupes hydroxyles qui se lient facilement avec les molécules d'eau (H_2O). Ceci est conforté par la figure 3.22 car pour une même humidité relative, la teneur en eau de l'hémicellulose est légèrement plus importante que celle de la lignine.

Que ce soit pour le modèle analytique comme pour le modèle numérique, la géométrie retenue est un assemblage de cylindres concentriques comme présenté par la figure 3.3. Le diamètre de l'assemblage est égal au diamètre moyen d'une fibre de lin, et les valeurs des différents rayons ont été calculées en fonction des épaisseurs des trois sous-couches ainsi que par rapport à la taille du lumen. Le tableau 3.6 présente ces différentes données.

Diamètre	20 μm
r_1	2 μm
r_2	2,4 μm
r_3	9,2 μm
r_4	10 μm

TAB. 3.6 – *Données géométriques de l'assemblage de cylindres concentriques*

3.2.2 Paramètres pour le modèle numérique

Pour le modèle numérique sous Ansys, il est nécessaire de connaître le coefficient de diffusion de l'eau dans la fibre de lin et celui dans le composite, ce dernier sera utilisé dans les perspectives du travail (tableaux 3.7 et 3.8). Ils ont été obtenus expérimentalement dans le paragraphe 2.3 .

Humidité relative	Coefficient de diffusion D (mm^2/s)
33%	2,05e-04
50%	2,79e-04
75%	3,69e-04

TAB. 3.7 – *Coefficient de diffusion de l'eau dans le lin à différentes humidités relatives*

Au vue des essais de traction menés sur les fibres de lin (paragraphe 2.4.2), le coefficient de diffusion à 60% d'humidité relative est nécessaire afin de comparer les résultats expérimentaux à ceux de la modélisation. L'humidité relative de 60% n'a pas été testée. Lors des expériences faites conformément au protocole décrit paragraphe 2.3.1, nous n'avons pas opéré sous une humidité relative de 60%. Donc par régression linéaire des

valeurs du coefficient de diffusion pour 33%, 50% et 75%, il est possible de déterminer le coefficient de diffusion de l'eau dans le lin pour une humidité relative de 60%, qui est de $3,18\text{e-}04 \text{ mm}^2/\text{s}$.

Humidité relative	Coefficient de diffusion D (mm^2/s)
33%	8,81e-07
50%	1,07e-06
75%	1,49e-06

TAB. 3.8 – *Coefficient de diffusion de l'eau dans le composite à différentes humidités relatives*

Les résultats du tableau 3.8 ont été obtenus pour un composite renforcés par 30% massiques de fibres de lin. La différence entre les coefficients de diffusion de l'eau dans la fibre de lin et ceux dans le composite s'explique par la présence de la matrice qui ralentit la diffusion de l'eau au sein des fibres pour le composite.

Un autre paramètre utile au modèle numérique est l'angle des microfibrilles de cellulose de chaque sous-couche. Il est donné dans le tableau 3.9.

	S_1	S_2	S_3
Angle microfibrille	-80°	10°	-45°

TAB. 3.9 – *Angle des microfibrilles par rapport à l'axe longitudinal de la fibre pour les sous-couches [69] [4]*

La seule donnée dans la littérature [4] sur l'angle des microfibrilles dans la fibre de lin est la valeur de l'angle dans la sous-couche S_2 . La valeur de cet angle dans les sous-couches S_1 et S_3 est issue des données des fibres de bois.

La première partie du calcul numérique présenté dans le paragraphe 3.1.2 porte totalement sur le comportement hygroscopique. Pour cela, il faut le coefficient de diffusion de l'eau dans la fibre de lin ou dans le composite à base de fibres de lin, mais aussi l'angle des microfibrilles dans chaque sous-couche, puis il faut connaître la teneur en eau à appliquer aux bords intérieurs et extérieurs de la géométrie. Cette teneur en eau a été déterminée expérimentalement suite aux essais hygroscopiques réalisés sur la fibre de lin et sur le composite. Pour cela, il faut connaître la masse sèche de l'échantillon, m_0 puis sa masse à saturation M_s pour une humidité relative donnée et utiliser la relation 3.60 donnant la teneur en eau H%

$$H\% = \frac{m_s - m_0}{m_0} \quad (3.60)$$

Le tableau 3.10 donne la teneur en eau correspondant aux humidités relatives des essais de traction sur les fibres de lin.

Humidité relative	33%	60%
Teneur en eau	12%	40%

TAB. 3.10 – *Teneur en eau en fonction de l'humidité relative déterminée expérimentalement pour les fibres de lin*

La deuxième partie du modèle numérique se base sur la mécanique et donc sur les propriétés de chaque sous-couche dans son repère d'orthotropie. Ces propriétés ont été déterminées par l'application du modèle analytique détaillé dans le paragraphe 3.1.1.1 et seront présentées dans le paragraphe suivant.

3.3 Résultats des modélisations

3.3.1 Propriétés hygro-mécaniques des sous-couches pour différentes humidités relatives obtenues par le modèle analytique

Comme les sous-couches S_2 et S_3 ont les mêmes fractions volumiques de cellulose, hémicellulose et lignine, elles ont donc les mêmes propriétés hygro-mécaniques. Les propriétés hygro-mécaniques de S_1 , S_2 et S_3 sont données dans le tableau 3.11 pour des humidités relatives de 33% et 60% suite au calcul analytique présenté dans le paragraphe 3.1.1.

	Humidité relative			
	33%		60%	
	S_1	$S_2 - S_3$	S_1	$S_2 - S_3$
E_L (GPa)	28,59	76,68	33,08	75,48
$E_T = E_R$ (GPa)	6,21	7,16	4,28	4,92
$G_{LT} = G_{LR}$ (GPa)	2,04	2,31	1,45	1,64
G_{TR} (GPa)	2,15	2,45	1,46	1,70
ν_{LT}	0,290	0,209	0,280	0,207
ν_{TR}	0,441	0,464	0,461	0,450
β_L	0,026	0,009	0,024	0,008
$\beta_T = \beta_R$	0,571	0,488	0,520	0,480

TAB. 3.11 – *Propriétés hygro-mécaniques estimées des sous-couches à 33% et 60%*

On remarque que les propriétés mécaniques des sous-couches pour une humidité relative de 33% sont plus importantes qu'à 60%. Par exemple, le module radial pour une humidité relative de 33% est supérieur de 23% au module radial pour l'humidité relative 60%. Cela montre l'influence de l'humidité sur les propriétés mécaniques au niveau des sous-couches, se traduisant par une baisse de ces propriétés lorsque l'humidité relative augmente. Que ce soit pour la couche S_1 ou les couches $S_2 - S_3$, le module d'élasticité tangentiel ainsi que les modules de cisaillement diminuent de 30% pour une humidité relative de 60% par rapport à 33%. Le module d'élasticité longitudinal est peu affecté avec une baisse de 3% environ. Ces premiers résultats permettent de conclure qu'il y a une influence de l'humidité relative sur les propriétés mécaniques que ce soit à l'échelle mésoscopique ou à l'échelle macroscopique de la structure de la fibre de lin .

3.3.2 Propriétés hygro-mécaniques à l'échelle macroscopique pour différentes humidités relatives

3.3.2.1 Résultats pour une couche

Afin de valider le modèle numérique avec le modèle analytique, une seule couche sur les trois qui constituent la paroi végétale a été étudiée pour différents comportements mécaniques et hygroscopiques (Figure 3.23). Ici, les résultats portent sur la couche S_1 .

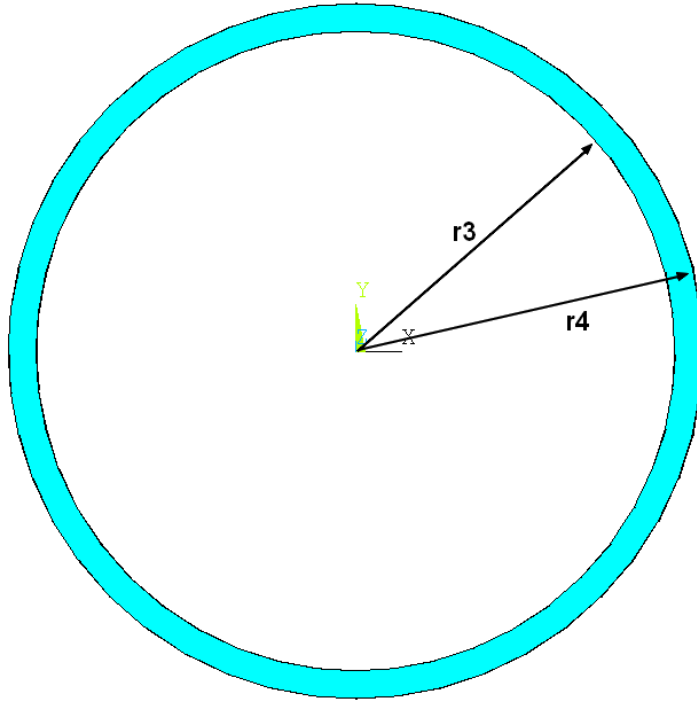


FIG. 3.23 – *Modélisation de la couche S_1 (géométrie cylindrique)*

Dans les paragraphes suivants, différents cas de comportement hygro-mécanique sont étudiés et leur analyse est faite après présentation des résultats. Ces résultats sont présentés en fonction des conditions aux limites imposées à la couche S_1 . Ces conditions aux limites ont été détaillées :

- dans le paragraphe 3.1.2.3.1, pour la dilatation libre,
- dans le paragraphe 3.1.2.3.2, pour la compression,
- dans le paragraphe 3.1.2.3.3, pour la torsion,
- dans le paragraphe 3.1.2.3.4, pour les contraintes radiale et tangentielle.

Les résultats de la torsion ne sont pas présentés, car l'effet de la torsion est négligeable devant la taille de la fibre qui mesure 0,1 mm de long.

3.3.2.1.1 Comportements mécanique et hygroscopique isotropes

Le premier cas étudié correspond à un comportement isotrope d'un point de vue mécanique et hygroscopique. Les propriétés de la couche S_1 sont données dans le tableau 3.12.

Humidité relative	33%
E (GPa)	28,59
G (GPa)	9,92
ν	0,441
β	0,026

TAB. 3.12 – *Propriétés hygro-mécaniques estimées de la sous-couche S_1 à 33%*

		Analytique	Numérique	Ecart
Déformation totale	ϵ_{macro_xx}	3,10e-3	3,08E-03	0,6%
	ϵ_{macro_yy}	3,10e-3	3,08E-03	0,6%
	ϵ_{macro_zz}	3,10e-3	3,08E-03	0,6%
	ϵ_{macro_yz}	0	0	0%
Déformation hygroscopique	ϵ_{macro_xx}	3,10e-3	3,08E-03	0,6%
	ϵ_{macro_yy}	3,10e-3	3,08E-03	0,6%
	ϵ_{macro_zz}	3,10e-3	3,08E-03	0,6%
	ϵ_{macro_yz}	0	0	0%

TAB. 3.13 – *Résultats analytique et numérique sous les conditions limites de la dilatation libre pour une humidité relative de 33%*

Les tableaux 3.13, 3.14 et 3.15 comparent les valeurs des différentes déformations, contraintes et coefficients d'hygroexpansion pour la couche S_1 obtenues par le calcul analytique et le calcul numérique pour différentes conditions aux limites.

		Analytique	Numérique	Ecart
Déformation totale	ϵ_{macro_xx}	4,50E-03	4,39E-03	2,4%
	ϵ_{macro_yy}	4,50E-03	4,39E-03	2,4%
	ϵ_{macro_zz}	0	0	0%
	ϵ_{macro_yz}	0	0	0%
Déformation hygroscopique	ϵ_{macro_xx}	3,10e-3	3,08E-03	0,6%
	ϵ_{macro_yy}	3,10E-03	3,08E-03	0,6%
	ϵ_{macro_zz}	3,10E-03	3,08E-03	0,6%
	ϵ_{macro_yz}	0	0	0%
Déformation élastique	ϵ_{macro_xx}	1,40E-03	1,31E-03	6,2%
	ϵ_{macro_yy}	1,40E-03	1,31E-03	6,2%
	ϵ_{macro_zz}	-3,10E-03	-3,08E-03	0,6%
	ϵ_{macro_yz}	0	0	0%
Contrainte (MPa)	σ_{macro_xx}	0	0	0%
	σ_{macro_yy}	0	0	0%
	σ_{macro_zz}	-89,2	-87,9	1,4%
	σ_{macro_yz}	0	0	0%

TAB. 3.14 – *Résultats analytique et numérique avec un chargement mécanique de compression pour une humidité relative de 33%*

		Analytique	Numérique	Ecart
Déformation totale	ϵ_{macro_xx}	2,30E-03	2,32E-03	0,8%
	ϵ_{macro_yy}	2,30E-03	2,32E-03	0,8%
	ϵ_{macro_zz}	4,30E-03	4,20E-03	2,3%
	ϵ_{macro_yz}	0	0	0%
Déformation hygroscopique	ϵ_{macro_xx}	3,10E-03	3,08E-03	0,6%
	ϵ_{macro_yy}	3,10E-03	3,08E-03	0,6%
	ϵ_{macro_zz}	3,10E-03	3,08E-03	0,6%
	ϵ_{macro_yz}	0	0	0%
Déformation élastique	ϵ_{macro_xx}	-7,85E-04	-7,63E-04	2,8%
	ϵ_{macro_yy}	-7,85E-04	-7,63E-04	0,6%
	ϵ_{macro_zz}	1,20E-03	1,12E-03	6,7%
	ϵ_{macro_yz}	0	0	0%
Contrainte (MPa)	σ_{macro_xx}	-39,4	-38,9	1,4%
	σ_{macro_yy}	-39,4	-38,9	1,4%
	σ_{macro_zz}	0	0	0%
	σ_{macro_yz}	0	0	0%

TAB. 3.15 – *Résultats analytique et numérique avec un chargement mécanique de dilatation contrainte radialement pour une humidité relative de 33%*

Il faut noter que seule la contrainte suivant l'axe \vec{z} est non nulle. Ainsi, on obtient :

$$E_L = E_{zz} = \frac{\sigma_{zz}}{\epsilon_{zz}^{el}} \quad (3.61)$$

Les résultats de ce calcul sont présentés dans le tableau 3.16 et sont comparés au module longitudinal de la couche S_1 issu du tableau 3.12. On remarque une bonne concordance entre le module longitudinal obtenu par le calcul analytique (Matlab), par le calcul numérique (Ansys) et celui pris comme donnée d'entrée.

Module d'élasticité	Donnée de base	Analytique		Numérique	
		Valeur	Ecart	Valeur	Ecart
E_L (MPa)	2,86E+04	2,88E+04	0,65%	2,85E+04	0,12%

TAB. 3.16 – *Comparaison entre le module longitudinal de la couche S_1 obtenu par simulation et issus des données de base*

Le tableau 3.17 montre la comparaison entre les constantes du tenseur des souplesses calculées à partir des propriétés du matériau et des résultats analytiques et numériques. On peut remarquer une bonne corrélation entre les constantes issues des données d'entrée et celles obtenues par simulations analytique et numérique.

Constante souplesse (MPa^{-1})	Donnée de base	Analytique		Numérique	
		Valeur	Ecart	Valeur	Ecart
S_{13}	-1,54E-05	-1,57E-05	1,8%	-1,49E-05	3,2%
S_{23}	-1,54E-05	-1,57E-05	1,8%	-1,49E-05	3,2%
S_{33}	3,50E-05	3,48E-05	0,6%	3,50E-05	0,1%
S_{34}	-2,98E-13	0	0%	0	0%

TAB. 3.17 – *Comparaison entre les constantes du tenseur des souplesses de la couche S_1 obtenues par simulation et issus des données de base*

Coefficient hygroexpansion	Données de base	Analytique		Numérique	
		Valeur	Ecart	Valeur	Ecart
β_{macro_xx}	0,026	0,026	0%	0,026	1,3%
β_{macro_yy}	0,026	0,026	0%	0,026	1,3%
β_{macro_zz}	0,206	0,026	0%	0,026	1,3%
β_{macro_yz}	0	0	0%	0	0%

TAB. 3.18 – *Comparaison entre les coefficients d'hygroexpansion de la couche S_1 obtenues par simulation et issus des données de base*

3.3.2.1.2 Comportement mécanique isotrope et hygroscopique isotrope transverse

Le deuxième cas étudié correspond à un comportement isotrope d'un point de vue mécanique et isotrope transverse d'un point de vue hygroscopique. Les propriétés de la couche S_1 sont données dans le tableau 3.19.

Humidité relative	33%
E (GPa)	28,59
G (GPa)	9,92
ν	0,441
β_L	0,026
$\beta_T = \beta_R$	0,527

TAB. 3.19 – *Propriétés hygro-mécaniques estimées de la sous-couche S_1 à 33%*

Les tableaux 3.20, 3.21 et 3.22 comparent les valeurs des différentes déformations, contraintes et coefficients d'hygroexpansion pour la couche S_1 obtenues par le calcul analytique et le calcul numérique.

		Analytique	Numérique	Ecart
Déformation totale	ϵ_{macro_xx}	3,41E-02	3,36E-02	1,4%
	ϵ_{macro_yy}	3,41E-02	3,36E-02	1,4%
	ϵ_{macro_zz}	6,14E-02	6,07E-02	1,1%
	ϵ_{macro_yz}	0	0	0%
Déformation hygroscopique	ϵ_{macro_xx}	3,41E-02	3,37E-02	1,3%
	ϵ_{macro_yy}	3,41E-02	3,37E-02	1,3%
	ϵ_{macro_zz}	6,14E-02	6,06E-02	1,2%
	ϵ_{macro_yz}	0	0	0%

TAB. 3.20 – *Résultats analytique et numérique sous les conditions limites de la dilatation libre pour une humidité relative de 33%*

		Analytique	Numérique	Ecart
Déformation totale	ϵ_{macro_xx}	6,12E-02	5,95E-02	2,8%
	ϵ_{macro_yy}	6,12E-02	5,95E-02	2,8%
	ϵ_{macro_zz}	0	0	0%
	ϵ_{macro_yz}	0	0	0%
Déformation hygroscopique	ϵ_{macro_xx}	3,41E-02	3,37E-02	1,3%
	ϵ_{macro_yy}	3,41E-02	3,37E-02	1,3%
	ϵ_{macro_zz}	6,14E-02	6,06E-02	1,2%
	ϵ_{macro_yz}	0	0	0%
Déformation élastique	ϵ_{macro_xx}	2,71E-02	2,58E-02	4,6%
	ϵ_{macro_yy}	2,71E-02	2,58E-02	4,6%
	ϵ_{macro_zz}	-6,14E-02	-6,06E-02	1,2%
	ϵ_{macro_yz}	0	0	0%
Contrainte (MPa)	σ_{macro_xx}	0	0	0%
	σ_{macro_yy}	0	0	0%
	σ_{macro_zz}	-1755,9	-1733,1	1,3%
	σ_{macro_yz}	0	0	0%

TAB. 3.21 – *Résultats analytique et numérique avec un chargement mécanique de compression pour une humidité relative de 33%*

		Analytique	Numérique	Ecart
Déformation totale	ϵ_{macro_xx}	3,35E-02	3,29E-02	1,8%
	ϵ_{macro_yy}	3,35E-02	3,29E-02	1,8%
	ϵ_{macro_zz}	6,24E-02	6,16E-02	1,3%
	ϵ_{macro_yz}	0	0	0%
Déformation hygroscopique	ϵ_{macro_xx}	3,41E-02	3,35E-02	1,7%
	ϵ_{macro_yy}	3,41E-02	3,35E-02	1,7%
	ϵ_{macro_zz}	6,14E-02	6,06E-02	1,2%
	ϵ_{macro_yz}	0	0	0%
Déformation élastique	ϵ_{macro_xx}	-6,02E-04	-6,15E-04	2,2%
	ϵ_{macro_yy}	-6,02E-04	-6,15E-04	2,2%
	ϵ_{macro_zz}	9,49E-04	9,22E-04	2,9%
	ϵ_{macro_yz}	0	0	0%
Contrainte (MPa)	σ_{macro_xx}	-30,8	-29,6	3,8%
	σ_{macro_yy}	-30,8	-29,6	3,8%
	σ_{macro_zz}	0	0	0%
	σ_{macro_yz}	0	0	0%

TAB. 3.22 – Résultats analytique et numérique avec un chargement mécanique de dilatation contrainte radialement pour une humidité relative de 33%

Les valeurs présentées dans les tableaux 3.20 et 3.21 montrent une bonne corrélation entre les résultats issus de la modélisation numérique et ceux issus de la modélisation analytique contrairement au tableau 3.22 qui montre de plus grands écarts de valeurs sur les contraintes σ_{xx} et σ_{yy} . Cette différence est minime lors du premier cas étudié, c'est-à-dire pour un comportement isotrope d'un point de vue mécanique et hygroscopique. Donc le comportement hygroscopique aurait une influence plus importante sur la dilatation radiale. Grâce au tableau 3.21, il est possible de déterminer le module longitudinal de la couche S_1 modélisée grâce à la relation 3.61 et les constantes du tenseur des souplesses suivantes S_{13} , S_{23} , S_{33} et S_{34} . Il faut noter que seule la contrainte suivant l'axe \vec{z} est non nulle.

Les résultats de ce calcul sont présentés dans le tableau 3.23 et sont comparés au module longitudinal de la couche S_1 (tableau 3.19). On remarque une bonne concordance entre le module longitudinal obtenu par le calcul analytique (Matlab), par le calcul numérique (Ansys) et celui pris comme donnée d'entrée.

Module d'élasticité	Donnée de base	Analytique		Numérique	
		Valeur	Ecart	Valeur	Ecart
E_L (MPa)	2,86E+04	2,86E+04	0,04%	2,86E+04	0,03%

TAB. 3.23 – *Comparaison entre le module longitudinal de la couche S_1 obtenu par simulation et issus des données de base*

Le tableau 3.24 montre la comparaison entre les constantes du tenseur des souplesses calculées à partir des propriétés du matériau et des résultats analytiques et numériques. On peut remarquer une bonne corrélation entre les constantes issues des données d'entrée et celles obtenues par simulations analytique et numérique.

Constante souplesse (MPa^{-1})	Donnée de base	Analytique		Numérique	
		Valeur	Ecart	Valeur	Ecart
S_{13}	-1,54E-05	-1,54E-05	0,04%	-1,49E-05	3,3%
S_{23}	-1,54E-05	-1,54E-05	0,04%	-1,49E-05	3,4%
S_{33}	3,50E-05	3,50E-05	0,04%	3,50E-05	0,03%
S_{34}	-2,98E-13	0	0%	0	0%

TAB. 3.24 – *Comparaison entre les constantes du tenseur des souplesses de la couche S_1 obtenues par simulation et issus des données de base*

Coefficient hygroexpansion	Données de base	Analytique		Numérique	
		Valeur	Ecart	Valeur	Ecart
β_{macro_xx}	0,283	0,284	0,57%	0,280	0,7%
β_{macro_yy}	0,286	0,284	0,53%	0,280	1,8%
β_{macro_zz}	0,512	0,512	0%	0,505	1,3%
β_{macro_yz}	0	0	0%	0	0%

TAB. 3.25 – *Comparaison entre les coefficients d'hygroexpansion de la couche S_1 obtenues par simulation et issus des données de base*

3.3.2.1.3 Comportement mécanique isotrope transverse et hygroscopique isotrope

Le troisième cas étudié correspond à un comportement isotrope transverse d'un point de vue mécanique et isotrope d'un point de vue hygroscopique. Les propriétés de la couche S_1 sont données dans le tableau 3.26.

Humidité relative	33%
	S_1
E_L (GPa)	28,59
$E_T = E_R$ (GPa)	6,21
$G_{LT} = G_{LR}$ (GPa)	2,04
G_{TR} (GPa)	2,15
$\nu_{TL} = \nu_{RL}$	0,063
ν_{RT}	0,441
β_L	0,026
$\beta_T = \beta_R$	0,026

TAB. 3.26 – *Propriétés hygro-mécaniques estimées de la sous-couche S_1 à 33%*

Les tableaux 3.27, 3.28 et 3.29 comparent les valeurs des différentes déformations, contraintes et coefficients d'hygroexpansion pour la couche S_1 obtenues par le calcul analytique et le calcul numérique.

		Analytique	Numérique	Ecart
Déformation totale	ϵ_{macro_xx}	3,10E-03	3,08E-03	0,6%
	ϵ_{macro_yy}	3,10E-03	3,08E-03	0,6%
	ϵ_{macro_zz}	3,10E-03	3,08E-03	0,6%
	ϵ_{macro_yz}	0	0	0%
Déformation hygroscopique	ϵ_{macro_xx}	3,10E-03	3,08E-03	0,6%
	ϵ_{macro_yy}	3,10E-03	3,08E-03	0,6%
	ϵ_{macro_zz}	3,10E-03	3,08E-03	0,6%
	ϵ_{macro_yz}	0	0	0%

TAB. 3.27 – *Résultats analytique et numérique sous les conditions limites de la dilatation libre pour une humidité relative de 33%*

		Analytique	Numérique	Ecart
Déformation totale	ϵ_{macro_xx}	3,90E-03	3,92E-03	0,5%
	ϵ_{macro_yy}	3,90E-03	3,92E-03	0,5%
	ϵ_{macro_zz}	0	0	0%
	ϵ_{macro_yz}	0	0	0%
Déformation hygroscopique	ϵ_{macro_xx}	3,10E-03	3,08E-03	0,6%
	ϵ_{macro_yy}	3,10E-03	3,08E-03	0,6%
	ϵ_{macro_zz}	3,10E-03	3,08E-03	0,6%
	ϵ_{macro_yz}	0	0	0%
Déformation élastique	ϵ_{macro_xx}	8,24E-04	8,37E-04	1,6%
	ϵ_{macro_yy}	8,24E-04	8,38E-04	1,7%
	ϵ_{macro_zz}	-3,10E-03	-3,08E-03	0,6%
	ϵ_{macro_yz}	0	0	0%
Contrainte (MPa)	σ_{macro_xx}	0	0	0%
	σ_{macro_yy}	0	0	0%
	σ_{macro_zz}	-18,9	-21,6	14,5%
	σ_{macro_yz}	0	0	0%

TAB. 3.28 – Résultats analytique et numérique avec un chargement mécanique de compression pour une humidité relative de 33%

		Analytique	Numérique	Ecart
Déformation totale	ϵ_{macro_xx}	2,20E-03	2,52E-03	15%
	ϵ_{macro_yy}	2,20E-03	2,52E-03	15%
	ϵ_{macro_zz}	3,80E-03	3,95E-03	4,1%
	ϵ_{macro_yz}	0	0	0%
Déformation hygroscopique	ϵ_{macro_xx}	3,10E-03	3,08E-03	0,6%
	ϵ_{macro_yy}	3,10E-03	3,08E-03	0,6%
	ϵ_{macro_zz}	3,10E-03	3,08E-03	0,6%
	ϵ_{macro_yz}	0	0	0%
Déformation élastique	ϵ_{macro_xx}	-8,92E-04	-8,56E-04	4%
	ϵ_{macro_yy}	-8,92E-04	-8,56E-04	4%
	ϵ_{macro_zz}	9,52E-04	8,74E-04	8,2%
	ϵ_{macro_yz}	0	0	0%
Contrainte (MPa)	σ_{macro_xx}	-29,8	-38,5	29%
	σ_{macro_yy}	-29,8	-38,5	29%
	σ_{macro_zz}	0	0	0%
	σ_{macro_yz}	0	0	0%

TAB. 3.29 – Résultats analytique et numérique avec un chargement mécanique de dilatation contrainte radialement pour une humidité relative de 33%

Les valeurs présentées dans les tableaux 3.27 et 3.28 montrent une bonne corrélation entre les résultats issus de la modélisation numérique et ceux issus de la modélisation analytique. Une plus importante différence sur les valeurs des σ_{xx} et σ_{yy} est observée dans le tableau 3.29. Par rapport au premier cas étudié, seul le comportement d'un point de vue mécanique a été changé par rapport au paragraphe précédent passant ainsi d'un comportement isotrope à un comportement isotrope transverse. Ainsi le comportement isotrope transverse mécanique aurait aussi une influence sur la dilatation contrainte radialement.

Grâce au tableau 3.28, il est possible de déterminer le module longitudinal de la couche S_1 modélisée grâce à la relation 3.61 et les constantes du tenseur des souplesses suivantes S_{13} , S_{23} , S_{33} et S_{34} . Il faut noter que seule la contrainte suivant l'axe \vec{z} est non nulle.

Les résultats de ce calcul sont présentés dans le tableau 3.30 et sont comparés au module longitudinal de la couche S_1 (tableau 3.19). On remarque une bonne concordance entre le module longitudinal obtenu par le calcul analytique (Matlab), par le calcul numérique (Ansys) et celui pris comme donnée d'entrée.

Module d'élasticité	Donnée de base	Analytique		Numérique	
		Valeur	Ecart	Valeur	Ecart
E_L (MPa)	6,05E+03	6,09E+03	0,67%	7,02E+03	16%

TAB. 3.30 – *Comparaison entre le module longitudinal de la couche S_1 obtenu par simulation et issus des données de base*

Le tableau 3.31 montre la comparaison entre les constantes du tenseur des souplesses calculées à partir des propriétés du matériau et des résultats analytiques et numériques. On peut remarquer une bonne corrélation entre les constantes issues des données d'entrée et celles obtenues par simulation analytique. Mais une plus grande différence avec les valeurs numériques est observée, contrairement aux résultats obtenus lors du cas d'un comportement mécanique isotrope.

Constante souplesse (MPa^{-1})	Donnée de base	Analytique		Numérique	
		Valeur	Ecart	Valeur	Ecart
S_{13}	-4,35E-05	-4,36E-05	0,27%	-3,87E-05	11%
S_{23}	-4,38E-05	-4,36E-05	0,46%	-3,87E-05	11%
S_{33}	1,65E-04	1,64E-04	0,66%	1,42E-04	14%
S_{34}	2,66E-09	0	0%	-1,51E-19	0%

TAB. 3.31 – *Comparaison entre les constantes du tenseur des souplesses de la couche S_1 obtenues par simulation et issus des données de base*

Coefficient hygroexpansion	Données de base	Analytique		Numérique	
		Valeur	Ecart	Valeur	Ecart
β_{macro_xx}	0,026	0,026	0%	0,026	1,3%
β_{macro_yy}	0,026	0,026	0%	0,026	1,3%
β_{macro_zz}	0,026	0,026	0%	0,026	1,3%
β_{macro_yz}	0	0	0%	0	0%

TAB. 3.32 – *Comparaison entre les coefficients d'hygroexpansion de la couche S_1 obtenues par simulation et issus des données de base*

3.3.2.1.4 Comportements mécanique et hygroscopique isotropes transverses

Humidité relative	33%
	S_1
E_L (GPa)	28,59
$E_T = E_R$ (GPa)	6,21
$G_{LT} = G_{LR}$ (GPa)	2,04
G_{TR} (GPa)	2,15
$\nu_{TL} = \nu_{RL}$	0,063
ν_{RT}	0,441
β_L	0,026
$\beta_T = \beta_R$	0,527

TAB. 3.33 – *Propriétés hygro-mécaniques estimées de la sous-couche S_1 à 33%*

Le quatrième cas étudié correspond à un comportement isotrope transverse d'un point de vue mécanique et hygroscopique. Les propriétés de la couche S_1 sont données dans le tableau 3.33.

Les tableaux 3.34, 3.35 et 3.36 comparent les valeurs des différentes déformations, contraintes et coefficients d'hygroexpansion pour la couche S_1 obtenues par le calcul analytique et le calcul numérique.

		Analytique	Numérique	Ecart
Déformation totale	ϵ_{macro_xx}	3,40E-02	3,34E-02	1,8%
	ϵ_{macro_yy}	3,40E-02	3,34E-02	1,9%
	ϵ_{macro_zz}	6,15E-02	6,52E-02	6,1%
	ϵ_{macro_yz}	0	0	0%
Déformation hygroscopique	ϵ_{macro_xx}	3,41E-02	3,37E-02	1,3%
	ϵ_{macro_yy}	3,41E-02	3,37E-02	1,3%
	ϵ_{macro_zz}	6,14E-02	6,06E-02	1,2%
	ϵ_{macro_yz}	0	0	0%

TAB. 3.34 – *Résultats analytique et numérique sous les conditions limites de la dilatation libre pour une humidité relative de 33%*

		Analytique	Numérique	Ecart
Déformation totale	ϵ_{macro_xx}	5,03E-02	5,26E-02	4,6%
	ϵ_{macro_yy}	5,03E-02	5,26E-02	4,6%
	ϵ_{macro_zz}	0	0	0%
	ϵ_{macro_yz}	0	0	0%
Déformation hygroscopique	ϵ_{macro_xx}	3,41E-02	3,37E-02	1,3%
	ϵ_{macro_yy}	3,41E-02	3,37E-02	1,3%
	ϵ_{macro_zz}	6,14E-02	2,06E-02	1,2%
	ϵ_{macro_yz}	0	0	0%
Déformation élastique	ϵ_{macro_xx}	1,62E-02	1,77E-02	9,3%
	ϵ_{macro_yy}	1,62E-02	1,77E-02	9,1%
	ϵ_{macro_zz}	-6,14E-02	-6,06E-02	1,2%
	ϵ_{macro_yz}	0	0	0%
Contrainte (MPa)	σ_{macro_xx}	0	0	0%
	σ_{macro_yy}	0	0	0%
	σ_{macro_zz}	-372	-387	4,1%
	σ_{macro_yz}	0	0	0%

TAB. 3.35 – *Résultats analytique et numérique avec un chargement mécanique de compression pour une humidité relative de 33%*

		Analytique	Numérique	Ecart
Déformation totale	ϵ_{macro_xx}	3,33E-02	3,29E-02	1,2%
	ϵ_{macro_yy}	3,33E-02	3,29E-02	1,2%
	ϵ_{macro_zz}	6,22E-02	6,40E-02	2,8%
	ϵ_{macro_yz}	0	0	0%
Déformation hygroscopique	ϵ_{macro_xx}	3,41E-02	3,37E-02	1,3%
	ϵ_{macro_yy}	3,41E-02	3,37E-02	1,3%
	ϵ_{macro_zz}	6,14E-02	6,06E-02	1,2%
	ϵ_{macro_yz}	0	0	0%
Déformation élastique	ϵ_{macro_xx}	-7,49E-04	-7,47E-04	0,2%
	ϵ_{macro_yy}	-7,49E-04	-7,47E-04	0,2%
	ϵ_{macro_zz}	7,91E-04	7,69E-04	2,8%
	ϵ_{macro_yz}	0	0	0%
Contrainte (MPa)	σ_{macro_xx}	-23,4	-26,5	13%
	σ_{macro_yy}	-23,40	-26,5	13%
	σ_{macro_zz}	0	0	0%
	c_{macro_yz}	0	0	0%

TAB. 3.36 – *Résultats analytique et numérique avec un chargement mécanique de dilatation contrainte radialement pour une humidité relative de 33%*

Les valeurs présentées dans les tableaux 3.34 et 3.35 montrent une bonne corrélation entre les résultats issus de la modélisation numérique et ceux issus de la modélisation analytique. Comme pour le cas précédemment étudié, on remarque une grande différence sur les valeurs des σ_{xx} et σ_{yy} dans le tableau 3.36.

Grâce au tableau 3.35, il est possible de déterminer le module longitudinal de la couche S_1 modélisée grâce à la relation 3.61 et les constantes du tenseur des souplesses suivantes S_{13} , S_{23} , S_{33} et S_{34} . Il faut noter que seule la contrainte suivant l'axe \vec{z} est non nulle.

Les résultats de ce calcul sont présentés dans le tableau 3.37 et sont comparés au module longitudinal de la couche S_1 (tableau 3.19). On remarque une bonne concordance entre le module longitudinal obtenu par le calcul analytique (Matlab), par le calcul numérique (Ansys) et celui pris comme donnée d'entrée.

Module d'élasticité	Donnée de base	Analytique		Numérique	
		Valeur	Ecart	Valeur	Ecart
E_L (MPa)	6,05E+03	6,06E+03	0,14%	6,39E+03	5,5%

TAB. 3.37 – *Comparaison entre le module longitudinal de la couche S_1 obtenu par simulation et issus des données de base*

Le tableau 3.38 montre la comparaison entre les constantes du tenseur des souplesses calculées à partir des propriétés du matériau et des résultats analytiques et numériques. On peut remarquer une bonne corrélation entre les constantes issues des données d'entrée et celles obtenues par simulation analytique. Par contre, les constantes obtenues par simulation numérique montrent une plus grande différence avec celles obtenues analytiquement et celles issues des propriétés mécaniques de la couche S_1 , contrairement au cas d'un comportement mécanique isotrope.

Constante souplesse (MPa^{-1})	Donnée de base	Analytique		Numérique	
		Valeur	Ecart	Valeur	Ecart
S_{13}	-4,35E-05	-4,35E-05	0,07%	-4,57E-05	5%
S_{23}	-4,38E-05	-4,35E-05	0,7%	-4,56E-05	4%
S_{33}	1,65E-04	1,65E-04	0,14%	1,57E-04	5%
S_{34}	2,66E-09	0	0%	0	0%

TAB. 3.38 – *Comparaison entre les constantes du tenseur des souplesses de la couche S_1 obtenues par simulation et issus des données de base*

Coefficient hygroexpansion	Données de base	Analytique		Numérique	
		Valeur	Ecart	Valeur	Ecart
β_{macro_xx}	0,283	0,284	0,57%	0,280	0,7%
β_{macro_yy}	0,286	0,284	0,53%	0,280	1,8%
β_{macro_zz}	0,512	0,512	0%	0,505	1,3%
β_{macro_yz}	0	0	0%	0	0%

TAB. 3.39 – *Comparaison entre les coefficients d'hygroexpansion de la couche S_1 obtenues par simulation et issus des données de base*

3.3.2.1.5 Analyse des résultats

Les tableaux ci-dessus montrent que les résultats du calcul analytique et ceux du calcul numérique sont similaires pour la dilatation libre et pour la compression quelle que soit la propriété mécanique et hygroscopique étudiée. Mais une différence non négligeable apparaît entre les modèles analytique et numérique pour le calcul des contraintes σ_{xx} et σ_{yy} , sauf pour le comportement hygroscopique isotrope. Pour les trois derniers cas étudiés, il y a un changement de signe ou bien une différence non négligeable entre les contraintes obtenues σ_{xx} et σ_{yy} par les modèles analytique et numérique. Quel que soit le comportement hygro-mécanique étudié et quel que soit le modèle utilisé, les résultats du calcul du module longitudinal E_L montrent une bonne corrélation avec les données de base de la couche S_1 . La même comparaison a été effectuée sur les constantes de souplesse S_{13} , S_{23} , S_{33} et S_{34} . Lorsque le comportement mécanique est isotrope, les valeurs des constantes du tenseur des souplesses obtenues par les modèles analytique et numérique sont proches de celles calculées grâce aux propriétés hygro-mécaniques de la couche S_1 . Mais dès que le comportement mécanique est considéré isotrope transverse, de plus grandes différences apparaissent sur les valeurs numériques par rapport à celles obtenues par les données de base et analytiquement. Les différences sur les contraintes peuvent s'expliquer pour le chargement hygroscopique car comme il est montré dans la thèse de Mercier [98], la diffusion longitudinale est moins importante que les diffusions radiales et tangentielles. Ceci est appuyé par les résultats des coefficients d'hygroexpansion des sous-couches (tableau 3.11), car β_L est plus petit que β_R et β_T .

Pour conforter ces résultats, une vérification sur les constantes de souplesse est effectuée. Comme présenté dans le paragraphe 3.1.1.2.1, les résultats de l'équation 3.26 sont comparés aux valeurs des constantes de souplesse obtenues suite aux différents cas de chargement.

3.3.2.1.6 Vérification des résultats analytiques

Dans chaque tableau des constantes de souplesse présenté dans ce paragraphe, les résultats de la première colonne ont été obtenus grâce à la relation 3.26, ceux des autres colonnes sont issus des cas de chargement de compression et de torsion. La deuxième colonne présente les résultats analytiques et la troisième colonne les résultats numériques.

Le tableau 3.40 compare les résultats pour un comportement de la fibre isotrope en mécanique et isotrope ou isotrope transverse en hygroscopique.

Constantes Souplesse	Vérification relation 3.26	Analytique		Numérique	
		Valeur	Ecart	Valeur	Ecart
\bar{S}_{11}	3,50E-05				
\bar{S}_{12}	-1,54E-05				
\bar{S}_{13}	-1,54E-05	-1,57E-05	1,8%	-1,49E-05	3,2%
\bar{S}_{14}	-3,24E-11				
\bar{S}_{22}	3,50E-05				
\bar{S}_{23}	-1,54E-05	-1,57E-05	1,8%	-1,49E-05	3,2%
\bar{S}_{24}	3,27E-11				
\bar{S}_{33}	3,50E-05	3,48E-05	0,6%	3,50E-05	0,1%
\bar{S}_{34}	-2,98E-13	0	0%	1,05E-19	0%
\bar{S}_{44}	1,67E-06				

TAB. 3.40 – *Constantes de souplesse pour un comportement mécanique isotrope et hygroscopique isotrope ou isotrope transverse*

On peut remarquer que les constantes calculées grâce aux équations 3.26, 3.46 et 3.49 sont similaires. Les constantes de souplesse \bar{S}_{11} , \bar{S}_{12} , \bar{S}_{22} vont être utilisées pour vérifier les résultats des déformations élastiques obtenues pour le cas de chargement pour σ_{xx} et σ_{yy} .

Le tableau 3.41 montre la comparaison entre les résultats analytiques et numériques (Tableau 3.15) et les résultats obtenus grâce à la relation 3.52 présentée dans le paragraphe 3.1.1.2.6, pour un comportement isotrope d'un point de vue mécanique et hygroscopique.

Comportement mécanique isotrope						
Comportement hygroscopique isotrope						
	Résultats analytiques			Résultats numériques		
	Tableau 3.15	Vérifications	Ecart	Tableau 3.15	Vérifications	Ecart
$\bar{\epsilon}_{xx}$	-7,85E-04	-7,71E-04	1,7%	-7,63E-04	-7,61E-04	0,3%
$\bar{\epsilon}_{yy}$	-7,58E-04	-7,71E-04	1,8%	-7,63E-04	-7,61E-04	0,3%
$\bar{\epsilon}_{zz}$	1,20E-03	1,22E-03	1,4%	1,12E-03	1,20E-03	7,2%
$\bar{\epsilon}_{yz}$	0	-5,93E-12	0%	-3,38E-15	-5,80E-12	0%

TAB. 3.41 – *Résultats pour les calculs analytiques et numériques et pour un comportement isotrope d'un point de vue mécanique et hygroscopique*

Le tableau 3.42 montre la comparaison entre les résultats analytiques et numériques (Tableau 3.22) et les résultats obtenus grâce à la relation 3.52 présentée dans le paragraphe 3.1.1.2.6, pour un comportement isotrope d'un point de vue mécanique et isotrope transverse d'un point de vue hygroscopique.

Comportement mécanique isotrope						
Comportement hygroscopique isotrope transverse						
	Résultats analytiques			Résultats numériques		
	Tableau 3.22	Vérifications	Ecart	Tableau 3.22	Vérifications	Ecart
$\bar{\epsilon}_{xx}$	-6,02E-04	-6,02E-04	0%	-6,15E-04	-5,79E-04	5,8%
$\bar{\epsilon}_{yy}$	-6,02E-04	-6,02E-04	0%	-6,15E-04	-5,79E-04	5,8%
$\bar{\epsilon}_{zz}$	9,49E-04	9,49E-04	0%	9,22E-04	9,13E-04	0,9%
$\bar{\epsilon}_{yz}$	0	-4,59E-12	0%	-4,69E-14	-4,41E-12	0%

TAB. 3.42 – *Résultats pour les calculs analytiques et numériques et pour un comportement isotrope d'un point de vue mécanique et isotrope transverse d'un point de vue hygroscopique*

La comparaison des valeurs des déformations données dans les tableaux 3.41 et 3.42 montre que grâce aux constantes de souplesse déterminées par la relation 3.26, on retrouve bien les déformations élastiques calculés analytiquement et numériquement. Cette vérification donnée par les tableaux 3.41 et 3.42 permet de valider les modélisations analytique et numérique pour un comportement isotrope d'un point de vue mécanique et isotrope et isotrope transverse d'un point de vue hygroscopique.

Constantes Souplesse	Vérification relation 3.26	Analytique		Numérique	
		Valeur	Ecart	Valeur	Ecart
\bar{S}_{11}	1,40E-04	-4,35E-05	0,7%	-4,57E-05	5%
\bar{S}_{12}	-4,84E-05				
\bar{S}_{13}	-4,35E-05				
\bar{S}_{14}	1,17E-06				
\bar{S}_{22}	1,41E-04	-4,35E-05	0,7%	-4,56E-05	4%
\bar{S}_{23}	-4,38E-05				
\bar{S}_{24}	-1,18E-06				
\bar{S}_{33}	1,65E-04	1,65E-04	0,14%	1,57E-04	5%
\bar{S}_{34}	2,66E-09	0	0%	-3,50E-20	0%
\bar{S}_{44}	4,64E-06				

TAB. 3.43 – *Constantes de souplesse pour un comportement mécanique isotrope transverse et hygroscopique isotrope ou isotrope transverse*

Le tableau 3.43 compare les résultats pour un comportement de la couche isotrope transverse d'un point de vue mécanique et isotrope ou isotrope transverse d'un point de vue hygroscopique.

On peut remarquer que les constantes calculées grâce aux équations 3.26, 3.46 et 3.49 sont similaires. Les constantes de souplesse \bar{S}_{11} , \bar{S}_{12} , \bar{S}_{22} vont être utilisées pour vérifier les résultats des déformations élastiques obtenues pour le cas de chargement pour σ_{xx} et σ_{yy} .

Comportement mécanique isotrope transverse						
Comportement hygroscopique isotrope						
	Résultats analytiques			Résultats numériques		
	Tableau 3.29	Vérifications	Ecart	Tableau 3.29	Vérifications	Ecart
$\bar{\epsilon}_{xx}$	-8,924E-04	-2,73E-03	206%	-8,56E-04	-5,39E-03	530%
$\bar{\epsilon}_{yy}$	-8,92E-04	-2,75E-03	208%	-8,56E-04	-5,45E-03	536%
$\bar{\epsilon}_{zz}$	9,52E-04	2,60E-03	173%	8,74E-04	3,36E-03	285%
$\bar{\epsilon}_{yz}$	0	1,63E-9	0%	-1E-15	1,02E-07	0%

TAB. 3.44 – *Résultats pour les calculs analytiques et numériques et pour un comportement isotrope transverse d'un point de vue mécanique et isotrope d'un point de vue hygroscopique*

Le tableau 3.44 montre la comparaison entre les résultats analytiques et numériques (Tableau 3.29) et les résultats obtenus grâce à la relation 3.52 présentée dans le paragraphe 3.1.1.2.6, pour un comportement isotrope d'un point de vue mécanique et isotrope transverse d'un point de vue hygroscopique.

Le tableau 3.45 montre la comparaison entre les résultats analytiques et numériques (Tableau 3.36) et les résultats obtenus grâce à la relation 3.52 présentée dans le paragraphe 3.1.1.2.6, pour un comportement isotrope d'un point de vue mécanique et isotrope transverse d'un point de vue hygroscopique.

Comportement mécanique isotrope transverse						
Comportement hygroscopique isotrope transverse						
	Résultats analytiques			Résultats numériques		
	Tableau 3.36	Vérifications	Ecart	Tableau 3.36	Vérifications	Ecart
$\bar{\epsilon}_{xx}$	-7,49E-04	-2,14E-04	186%	-7,47E-04	-3,71E-03	397%
$\bar{\epsilon}_{yy}$	-7,49E-04	-2,16E-04	188%	-7,47E-04	-2,45E-03	228%
$\bar{\epsilon}_{zz}$	7,91E-04	2,04E-04	158%	7,69E-04	2,32E-03	201%
$\bar{\epsilon}_{yz}$	0	6,2E-08	0%	1,43E-014	7,03E-08	0%

TAB. 3.45 – *Résultats pour les calculs analytiques et numériques et pour un comportement isotrope transverse d'un point de vue mécanique et hygroscopique*

Dès que le comportement mécanique est considéré comme isotrope transverse, la vérification pour les déformations élastiques du calcul pour σ_{xx} et σ_{yy} n'est plus valable pour la modélisation analytique et pour la modélisation numérique comme le montrent les tableaux 3.44 et 3.45. Pourtant, les constantes de souplesse S_{13} , S_{23} , S_{33} et S_{34} obtenues suite à l'équation 3.26 sont comparables à celles déterminées par la relation 3.46, comme le montre le tableau 3.43. Dans les programmes analytique et numérique, seules les données de base, à savoir comportement isotrope ou isotrope transverse, sont modifiées, et les équations restent les mêmes. Cette différence lors de la vérification ne peut pour l'instant être expliquée.

3.3.2.2 Résultats pour la fibre de lin

Après avoir validé le modèle analytique et numérique pour une couche, la deuxième étape est de le tester pour la fibre de lin, c'est-à-dire pour les trois couches assemblées. Comme pour la couche S_1 , le comportement mécanique et le comportement hygroscopique vont varier de isotrope à isotrope transverse, pour ainsi voir les limites de nos modèles.

3.3.2.2.1 Comportement mécanique et hygroscopique isotrope

Le premier cas étudié est un comportement isotrope d'un point de vue mécanique et hygroscopique, les propriétés des couches S_1 , S_2 et S_3 sont données dans le tableau 3.46.

	S_1	$S_2 - S_3$
E (GPa)	28,59	76,68
G (GPa)	9,92	26,19
ν	0,441	0,464
β	0,026	0,009

TAB. 3.46 – *Propriétés hygro-mécaniques estimées des sous-couches S_1 , S_2 et S_3 pour une humidité relative de 33%*

		Analytique	Numérique	Ecart
Déformation totale	ϵ_{macro_xx}	1,50E-03	1,42E-03	5,3%
	ϵ_{macro_yy}	1,50E-03	1,42E-03	5,3%
	ϵ_{macro_zz}	1,50E-03	1,42E-03	5,3%
	ϵ_{macro_yz}	0	0	0%
Déformation hygroscopique	ϵ_{macro_xx}	1,40E-03	1,42E-03	1,4%
	ϵ_{macro_yy}	1,40E-03	1,42E-03	1,4%
	ϵ_{macro_zz}	1,40E-03	1,42E-03	1,4%
	ϵ_{macro_yz}	0	0	0%

TAB. 3.47 – *Résultats analytiques et numériques sous les conditions limites de la dilatation libre pour une humidité relative de 33%*

Les tableaux 3.47, 3.48 comparent les valeurs des différentes déformations et des contraintes pour les couches S_1 , S_2 et S_3 obtenues par le calcul analytique et le calcul numérique.

		Analytique	Numérique	Ecart
Déformation totale	ϵ_{macro_xx}	2,00E-03	1,98E-03	1%
	ϵ_{macro_yy}	2,00E-03	1,98E-03	1%
	ϵ_{macro_zz}	0	0	0%
	ϵ_{macro_yz}	0	0	0%
Déformation hygroscopique	ϵ_{macro_xx}	1,40E-03	1,42E-03	1,4%
	ϵ_{macro_yy}	1,40E-03	1,42E-03	1,4%
	ϵ_{macro_zz}	1,40E-03	1,42E-03	1,4%
	ϵ_{macro_yz}	0	0	0%
Déformation élastique	ϵ_{macro_xx}	6,00E-04	5,60E-04	6,7%
	ϵ_{macro_yy}	6,00E-04	5,60E-04	6,7%
	ϵ_{macro_zz}	-1,40E-03	-1,42E-03	1,4%
	ϵ_{macro_yz}	0	0	0%
Contrainte (MPa)	σ_{macro_xx}	0	0	0%
	σ_{macro_yy}	0	0	0%
	σ_{macro_zz}	-84,3	-82,6	2,1%
	σ_{macro_yz}	0	0	0%

TAB. 3.48 – *Résultats analytiques et numériques avec un chargement mécanique de compression pour une humidité relative de 33%*

Les tableaux 3.47 et 3.48 montrent une bonne corrélation entre les modélisations analytique et numérique. Mais quand on teste le cas de la dilation contrainte radialement, cette corrélation n'est plus vérifiée, et cela quel que soit le comportement hygro-mécanique de la fibre. C'est pour ces raisons que les résultats de ce cas de chargement ne sont pas présentés.

Comme pour l'étude d'une couche, il est possible de déterminer le module longitudinal par la relation 3.62 ainsi que certains coefficients de la matrice de souplesse présentés dans le tableau 3.50.

$$E_L = \sigma_{zz} \epsilon_{zz}^{el} \quad (3.62)$$

Les résultats de ce calcul sont présentés dans le tableau 3.49 et sont comparés au module longitudinal obtenu expérimentalement par des essais de traction présentés dans le chapitre 2. On remarque une différence sur les résultats.

Module d'élasticité	Donnée expérimentale	Analytique		Numérique	
		Valeur	Ecart	Valeur	Ecart
E_L (MPa)	32,1E+03	60,2E+03	88%	58,1E+03	81%

TAB. 3.49 – *Comparaison entre le module longitudinal de la couche S_1 obtenu par simulation et issus des données de base*

Constante souplesse (MPa^{-1})	Analytique	Numérique	Ecart
S_{13}	-7,12E-06	-6,78E-06	4,7%
S_{23}	-7,12E-06	-6,78E-06	4,7%
S_{33}	1,66E-05	1,72E-05	3,6%
S_{34}	0	0	0%

TAB. 3.50 – *Comparaison entre les constantes du tenseur des souplesses de la couche S_1 obtenues par simulation et issus des données de base*

Au niveau des coefficients d'hygroexpansion, ce sont les résultats analytiques et numériques qui ont été comparés. Le tableau 3.51 montre une bonne corrélation entre les modélisations analytique et numérique.

Coefficient hygroexpansion	Analytique	Numérique	Ecart
β_{macro_xx}	0,112	0,112	0,3%
β_{macro_yy}	0,112	0,112	0,3%
β_{macro_zz}	0,112	0,112	0,3%
β_{macro_yz}	0	0	0%

TAB. 3.51 – *Comparaison entre les coefficients d'hygroexpansion de la fibre obtenus par simulations analytique et numérique*

3.3.2.2.2 Comportement mécanique isotrope et hygroscopique isotrope transverse

Le deuxième cas étudié est un comportement isotrope d'un point de vue mécanique et isotrope transverse d'un point de vue hygroscopique, les propriétés des couches S_1 , S_2 et S_3 sont données dans le tableau 3.52.

	S_1	$S_2 - S_3$
E (GPa)	28,59	77,68
G (GPa)	9,92	26,19
ν	0,441	0,464
β_L	0,026	0,009
$\beta_T = \beta_R$	0,571	0,488

TAB. 3.52 – *Propriétés hygro-mécaniques estimées des sous-couches S_1 , S_2 et S_3 à 33%*

		Analytique	Numérique	Ecart
Déformation totale	ϵ_{macro_xx}	6,30E-02	6,44E-02	2,2%
	ϵ_{macro_yy}	6,30E-02	6,44E-02	2,2%
	ϵ_{macro_zz}	5,30E-03	5,16E-03	2,6%
	ϵ_{macro_yz}	0	0	0%
Déformation hygroscopique	ϵ_{macro_xx}	5,36E-02	5,26E-02	1,9%
	ϵ_{macro_yy}	5,37E-02	5,27E-02	1,9%
	ϵ_{macro_zz}	1,27E-02	1,28E-02	1,1%
	ϵ_{macro_yz}	0	0	0%

TAB. 3.53 – *Résultats analytiques et numériques sous les conditions limites de la dilatation libre pour une humidité relative de 33%*

		Analytique	Numérique	Ecart
Déformation totale	ϵ_{macro_xx}	5,96E-02	5,85E-02	1,8%
	ϵ_{macro_yy}	5,97E-02	5,85E-02	2%
	ϵ_{macro_zz}	0	0	0%
	ϵ_{macro_yz}	0	0	0%
Déformation hygroskopique	ϵ_{macro_xx}	5,36E-02	5,26E-02	1,9%
	ϵ_{macro_yy}	5,37E-02	5,27E-02	3,7%
	ϵ_{macro_zz}	1,27E-02	1,28E-02	1,1%
	ϵ_{macro_yz}	0	0	0%
Déformation élastique	ϵ_{macro_xx}	6,00E-03	5,90E-03	1,7%
	ϵ_{macro_yy}	6,00E-03	5,78E-03	3,7%
	ϵ_{macro_zz}	-1,27E-02	-1,28E-03	1,1%
	ϵ_{macro_yz}	0	0	0%
Contrainte (MPa)	σ_{macro_xx}	0	0	0%
	σ_{macro_yy}	0	0	0%
	σ_{macro_zz}	-508,2	-510,4	0,4%
	σ_{macro_yz}	0	0	0%

TAB. 3.54 – *Résultats analytiques et numériques avec un chargement mécanique de compression pour une humidité relative de 33%*

Les tableaux 3.53 et 3.54 montrent une bonne corrélation entre les modélisations analytique et numérique.

Les résultats du calcul du module longitudinal moyen sont présentés dans le tableau 3.55 et sont comparés au module longitudinal obtenu expérimentalement par des essais de traction présentés dans le chapitre 2.

Module d'élasticité	Donnée expérimentale	Analytique		Numérique	
		Valeur	Ecart	Valeur	Ecart
E_L (MPa)	32,1E+03	40E+03	25%	39,8E+03	24%

TAB. 3.55 – *Comparaison entre le module longitudinal de la fibre obtenus par simulation et expérimentalement*

Constante souplesse (MPa^{-1})	Analytique	Numérique	Ecart
S_{13}	-1,18E-05	-1,16E-05	2,1%
S_{23}	-1,18E-05	-1,13E-05	4,1%
S_{33}	2,50E-05	2,52E-05	0,7%
S_{34}	0	0	0%

TAB. 3.56 – *Comparaison entre les constantes du tenseur des souplesses de la fibre obtenues par simulations analytique et numérique*

Au niveau des coefficients d'hygroexpansion, ce sont les résultats analytiques et numériques qui ont été comparés. Le tableau 3.57 montre une bonne corrélation entre les modélisations analytique et numérique.

Coefficient hygroexpansion	Analytique	Numérique	Ecart
β_{macro_xx}	0,447	0,438	1,9%
β_{macro_yy}	0,448	0,439	1,8%
β_{macro_zz}	0,106	0,107	4%
β_{macro_yz}	0	0	0%

TAB. 3.57 – *Comparaison entre les coefficients d'hygroexpansion de la fibre obtenus par simulations analytique et numérique*

3.3.2.2.3 Comportement mécanique isotrope transverse et hygroscopique isotrope

Le troisième cas étudié est un comportement isotrope transverse d'un point de vue mécanique et isotrope d'un point de vue hygroscopique, les propriétés des couches S_1 , S_2 et S_3 sont données dans le tableau 3.58.

	S_1	$S_2 - S_3$
E_L (GPa)	28,59	76,68
$E_T = E_R$ (GPa)	6,21	7,16
$G_{LT} = G_{LR}$ (GPa)	2,04	2,31
G_{TR} (GPa)	2,15	2,45
$\nu_{TL} = \nu_{RL}$	0,290	0,209
ν_{RT}	0,441	0,464
β	0,026	0,009

TAB. 3.58 – *Propriétés hygro-mécaniques estimées des sous-couches S_1 , S_2 et S_3 à 33%*

Les tableaux 3.59, 3.60 comparent les valeurs des différentes déformations et contraintes pour les couches S_1 , S_2 et S_3 obtenues par le calcul analytique et le calcul numérique.

Les tableaux 3.59 et 3.60 montrent une bonne corrélation entre les modélisations analytique et numérique.

		Analytique	Numérique	Ecart
Déformation totale	ϵ_{macro_xx}	2,10E-03	1,99E-03	5,2%
	ϵ_{macro_yy}	2,10E-03	1,97E-03	6,2%
	ϵ_{macro_zz}	8,53E-04	8,40E-04	1,6%
	ϵ_{macro_yz}	0	0	0%
Déformation hygroscopique	ϵ_{macro_xx}	1,40E-03	1,42E-03	1,4%
	ϵ_{macro_yy}	1,40E-03	1,42E-03	1,4%
	ϵ_{macro_zz}	1,40E-03	1,42E-03	1,4%
	ϵ_{macro_yz}	0	0	0%

TAB. 3.59 – *Résultats analytiques et numériques sous les conditions limites de la dilatation libre pour une humidité relative de 33%*

		Analytique	Numérique	Ecart
Déformation totale	ϵ_{macro_xx}	3,20E-03	3,10E-03	3,1%
	ϵ_{macro_yy}	3,20E-03	3,10E-03	3,1%
	ϵ_{macro_zz}	0	0	0%
	ϵ_{macro_yz}	0	0	0%
Déformation hygroscopique	ϵ_{macro_xx}	1,40E-03	1,42E-03	1,4%
	ϵ_{macro_yy}	1,40E-03	1,42E-03	1,4%
	ϵ_{macro_zz}	1,40E-03	1,42E-03	1,4%
	ϵ_{macro_yz}	0	0	0%
Déformation élastique	ϵ_{macro_xx}	1,80E-03	1,68E-03	6,7%
	ϵ_{macro_yy}	1,80E-03	1,68E-03	6,7%
	ϵ_{macro_zz}	-1,40E-03	-1,42E-03	1,4%
	ϵ_{macro_yz}	0	0	0%
Contrainte (MPa)	σ_{macro_xx}	0	0	0%
	σ_{macro_yy}	0	0	0%
	σ_{macro_zz}	-38,8	-40,2	3,6%
	σ_{macro_yz}	0	0	0%

TAB. 3.60 – *Résultats analytiques et numériques avec un chargement mécanique de compression pour une humidité relative de 33%*

Les résultats du calcul du module longitudinal moyen sont présentés dans le tableau 3.61 et sont comparés au module longitudinal obtenu expérimentalement par des essais de traction présentés dans le chapitre 2. Les coefficients du tenseur des souplesses obtenus analytiquement et numérique sont donnés dans le tableau 3.62 et sont comparés entre eux.

Module d'élasticité	Donnée expérimentale	Analytique		Numérique	
		Valeur	Ecart	Valeur	Ecart
E_L (MPa)	32,1E+03	27,7E+03	14%	28,3E+03	12%

TAB. 3.61 – *Comparaison entre le module longitudinal de la fibre obtenus par simulation et expérimentalement*

Constante souplesse (MPa^{-1})	Analytique	Numérique	Ecart
S_{13}	-4,64E-05	-4,18E-05	9,9%
S_{23}	-4,64E-05	-4,18E-05	9,9%
S_{33}	3,61E-05	3,53E-05	2,1%
S_{34}	0	0	0%

TAB. 3.62 – *Comparaison entre les constantes du tenseur des souplesses de la fibre obtenues par simulations analytique et numérique*

Au niveau des coefficients d'hygroexpansion, ce sont les résultats analytiques et numériques qui ont été comparés. Le tableau 3.63 montre une bonne corrélation entre les modélisations analytique et numérique.

Coefficient hygroexpansion	Analytique	Numérique	Ecart
β_{macro_xx}	0,112	0,112	1,1%
β_{macro_yy}	0,112	0,112	1,1%
β_{macro_zz}	0,112	0,112	1,1%
β_{macro_yz}	0	0	0%

TAB. 3.63 – *Comparaison entre les coefficients d'hygroexpansion de la fibre obtenus par simulations analytique et numérique*

3.3.2.2.4 Comportement mécanique et hygroscopique isotrope transverse

Le quatrième cas étudié est un comportement isotrope transverse d'un point de vue mécanique et hygroscopique, les propriétés des couches S_1 , S_2 et S_3 sont données dans le tableau 3.64.

	S_1	$S_2 - S_3$
E_L (GPa)	28,59	76,68
$E_T = E_R$ (GPa)	6,21	7,16
$G_{LT} = G_{LR}$ (GPa)	2,04	2,31
G_{TR} (GPa)	2,15	2,45
$\nu_{TL} = \nu_{RL}$	0,290	0,209
ν_{RT}	0,441	0,464
β_L	0,026	0,009
$\beta_T = \beta_R$	0,571	0,488

TAB. 3.64 – *Propriétés hygro-mécaniques estimées des sous-couches S_1 , S_2 et S_3 à 33%*

Les tableaux 3.65, 3.66 comparent les valeurs des différentes déformations, contraintes et coefficients d'hygroexpansion pour les couches S_1 , S_2 et S_3 obtenues par le calcul analytique et le calcul numérique.

		Analytique	Numérique	Ecart
Déformation totale	ϵ_{macro_xx}	4,74E-02	4,64E-02	2,1%
	ϵ_{macro_yy}	4,75E-02	4,63E-02	2,5%
	ϵ_{macro_zz}	6,60E-03	6,57E-03	0,5%
	ϵ_{macro_yz}	0	0	0%
Déformation hygroscopique	ϵ_{macro_xx}	5,36E-02	5,26E-02	1,9%
	ϵ_{macro_yy}	5,37E-02	5,27E-02	1,8%
	ϵ_{macro_zz}	1,27E-02	1,28E-0,2	1,1%
	ϵ_{macro_yz}	0	0	0%

TAB. 3.65 – *Résultats analytiques et numériques sous les conditions limites de la dilatation libre pour une humidité relative de 33%*

		Analytique	Numérique	Ecart
Déformation totale	ϵ_{macro_xx}	5,60E-02	5,49E-02	2,0%
	ϵ_{macro_yy}	5,60E-02	5,51E-02	1,6%
	ϵ_{macro_zz}	0	0	0%
	ϵ_{macro_yz}	0	0	0%
Déformation hygroscopique	ϵ_{macro_xx}	5,36E-02	5,26E-02	1,9%
	ϵ_{macro_yy}	5,37E-02	5,27E-02	1,8%
	ϵ_{macro_zz}	1,27E-01	1,28E-02	1,1%
	ϵ_{macro_yz}	0	0	0%
Déformation élastique	ϵ_{macro_xx}	2,40E-03	2,30E-03	4,2%
	ϵ_{macro_yy}	2,30E-03	2,38E-03	3,5%
	ϵ_{macro_zz}	-1,27E-03	-1,28E-03	1,1%
	ϵ_{macro_yz}	0	0	0%
Contrainte (MPa)	σ_{macro_xx}	0	0	0%
	σ_{macro_yy}	0	0	0%
	σ_{macro_zz}	-301	-298	0,9%
	σ_{macro_yz}	0	0	0%

TAB. 3.66 – Résultats analytiques et numériques avec un chargement mécanique de compression pour une humidité relative de 33%

Les résultats du calcul du module longitudinal moyen sont présentés dans le tableau 3.67 et sont comparés au module longitudinal obtenu expérimentalement par des essais de traction présentés dans le chapitre 2. Les coefficients du tenseur des souplesses obtenus analytiquement et numérique sont donnés dans le tableau 3.68 et sont comparés entre eux.

Module d'élasticité	Donnée expérimentale	Analytique		Numérique	
		Valeur	Ecart	Valeur	Ecart
E_L (MPa)	32,1E+03	22,3E+03	31%	23,2E+03	28%

TAB. 3.67 – Comparaison entre le module longitudinal de la fibre obtenus par simulation et expérimentalement

Constante souplesse (MPa^{-1})	Analytique	Numérique	Ecart
S_{13}	-6,31E-06	-7,71E-06	3,4%
S_{23}	-5,98E-06	-7,97E-06	4,3%
S_{33}	4,49E-05	4,30E-05	1,9%
S_{34}	2,66E-09	0	0%

TAB. 3.68 – *Comparaison entre les constantes du tenseur des souplesses de la fibre obtenues par simulations analytique et numérique*

Au niveau des coefficients d'hygroexpansion, ce sont les résultats analytiques et numériques qui ont été comparés. Le tableau 3.69 montre une bonne corrélation entre les modélisations analytique et numérique.

Coefficient hygroexpansion	Analytique	Numérique	Ecart
β_{macro_xx}	0,447	0,438	1,9%
β_{macro_yy}	0,448	0,439	1,8%
β_{macro_zz}	0,106	0,107	1,1%
β_{macro_yz}	0	0	0%

TAB. 3.69 – *Comparaison entre les coefficients d'hygroexpansion de la fibre obtenus par simulations analytique et numérique*

Comme il a été montré dans le paragraphe précédent concernant une seule sous-couche, le modèle analytique et le modèle numérique sont en accord quelque soit le comportement hygro-mécanique des sous-couches. Les résultats analytiques et numériques montrent une bonne corrélation pour les coefficients d'hygroexpansion ainsi que pour les coefficients du tenseur des souplesses. De plus, le module longitudinal moyen obtenu grâce aux modélisations est comparé à celui obtenu expérimentalement, et quel que le comportement hygro-mécanique considéré, l'écart maximal est de 25%.

Au niveau de la fibre de lin, il y a une bonne corrélation entre les résultats analytiques et numériques sur la dilatation libre et sur la compression longitudinale pour tous les cas de comportement étudié. Mais pour le calcul des contraintes σ_{xx} et σ_{yy} grâce au cas de chargement de dilation radiale, il y a des différences sur les résultats, que l'on peut expliquer d'un point de vue de changement de base car chaque sous-couche a un angle de microfibrille différent et qui peut varier d'une variété de lin à une autre.

Il s'avère donc que les deux modélisations proposées ont encore des lacunes pour obtenir tous les coefficients du tenseur des souplesses et ceci quel que soit le comportement hygro-mécanique du matériau étudié.

L'objectif de ce chapitre était de présenter les deux modélisations multi-échelle, à savoir analytique et numérique, développées dans ce mémoire. Les résultats de chaque modélisation ont été confrontés entre eux pour différents comportements hygro-mécaniques du matériau. Tout d'abord, il a été étudié le comportement d'une seule couche puis celui de l'assemblage de trois cylindres concentriques.

Pour la modélisation de la couche S_1 , les résultats analytiques et numériques montrent une bonne corrélation entre les deux modèles pour un comportement isotrope d'un point de vue mécanique et quel que soit le comportement hygroscopique. Ces résultats sont confortés grâce au calcul de vérification effectué sur le tenseur des souplesses comme présenté dans le paragraphe 3.1.1.2.3. Quand on s'intéresse à un comportement isotrope transverse d'un point de vue mécanique et quel que soit le comportement hygroscopique, il y a toujours une bonne corrélation entre les résultats de Matlab et d'Ansys.

Au niveau de l'assemblage des trois sous-couches en cylindres concentriques et donc de la fibre, les résultats analytiques sont cohérents avec les résultats numériques pour un comportement mécanique isotrope ou isotrope transverse et un comportement hygroscopique isotrope ou isotrope transverse.

La perspective de ce travail consistera à tester les différents cas de chargement et modélisation, présentés dans ce chapitre, sur une géométrie réelle de la fibre de lin issue d'images microscopiques. Car comme il a été montré lors de la présentation des résultats des modélisations analytique et numérique, il y a une bonne corrélation entre les résultats obtenus grâce à la simulation analytique et ceux obtenus numériquement quel que soit le comportement hygro-mécanique étudié. Le but final de ces modélisations est d'atteindre les propriétés hygro-mécaniques de la dernière échelle de la modélisation, c'est-à-dire l'estimation des propriétés hygro-mécaniques du composite renforcé de fibres de lin.

Conclusion et perspectives

L'objectif de cette thèse était d'estimer les propriétés hygro-mécaniques de la fibre de lin pour différentes humidités relatives. Afin de répondre à cet objectif, deux modélisations multi-échelles: une analytique et une numérique, ont été développées.

Le premier chapitre a permis de mettre en place le contexte de l'étude, ainsi que de présenter morphologiquement les fibres végétales et les modèles existants permettant de caractériser le matériau. La morphologie des fibres végétales est connue aux différentes échelles qui la constituent à savoir la fibre, les sous-couches et les constituants principaux de la paroi végétale. Cette connaissance de la fibre de lin est nécessaire pour la suite du travail pour la modélisation. Plusieurs travaux se sont intéressés à comprendre le phénomène d'absorption d'eau dans le composite renforcé de fibres végétales. Il s'est avéré que c'est principalement au niveau de la fibre que ce phénomène s'effectue à cause des groupes hydroxyles appartenant aux constituants de la paroi végétale. Il a été montré que cette présence d'eau au sein de la fibre entraîne une faiblesse de l'interface fibre-matrice et donc une baisse des propriétés mécaniques. La cellulose, constituant majeur de la fibre végétale, qui confère aux fibres ses propriétés mécaniques, intervient peu dans le phénomène d'absorption, car elle est plus cristalline que l'hémicellulose et la lignine.

Les premiers modèles mécaniques datent des années 60 [137]. A chaque nouveau modèle, une nouvelle caractéristique des fibres ou des matrices a été intégrée, comme l'anisotropie des fibres végétales, la prise en compte de l'humidité... Tous les modèles ont des avantages et des inconvénients : par exemple, l'isotropie des matériaux, ou bien le fait qu'il ne soit pas applicable à l'échelle microscopique (cellulose, hémicellulose et lignine) de la fibre. Il a fallu faire des choix en fonction de notre matériau, c'est pour cela que la base du modèle analytique est le modèle de Marklund et al. ([91], [69]) car c'est un modèle multi-échelle et qu'il prend en compte l'humidité.

Une partie des données de base de ces modélisations est issue de la littérature mais il a fallu déterminer les propriétés biochimiques et hygroscopiques de la fibre de lin utilisée

dans ce travail. La composition biochimique de la fibre a été déterminée par la méthode de Van Soest and Wine. Les résultats sont proches de ceux de la littérature sachant que d'une espèce à une autre et d'une terre à l'autre, le pourcentage en cellulose, hémicellulose et lignine peut varier.

Afin de déterminer le coefficient de diffusion de l'eau dans la fibre de lin, un protocole expérimental a été mis en place suivant la norme NF EN ISO 483 : 2006-01, qui consiste à recréer au sein d'une boîte hermétique une certaine atmosphère contrôlée par des sels chimiques et la température ambiante. On a pu ainsi obtenir le coefficient de diffusion de l'eau dans la fibre de lin et dans le composite polyester insaturé - lin pour différentes humidités relatives. Il apparaît que quel que soit le matériau étudié, plus l'humidité relative est importante, plus le coefficient de diffusion de l'eau augmente. Dans le composite polyester insaturé - lin, la diffusion de l'eau se fait plus lentement du fait de la présence de la matrice, car pour la même humidité relative, le coefficient de diffusion de l'eau dans le composite est cent fois inférieur à celui du lin. Par exemple, pour une humidité de 33%, le coefficient de diffusion de l'eau dans la fibre de lin est de $2.05 \times 10^{-4} \text{ mm}^2/\text{s}$ alors que celui dans le composite est $1.19 \times 10^{-6} \text{ mm}^2/\text{s}$.

Pour montrer l'influence de l'humidité sur les propriétés mécaniques de la fibre, des essais par traction ont été menés suivant la norme ISO 11566:1996 pour des humidités relatives ambiantes de 33% et 60%. Les résultats de ces essais montrent une baisse de 15% du module longitudinal du lin lorsque l'humidité relative augmente.

La dernière partie de ce travail porte sur la modélisation multi-échelle de la fibre de lin, à partir de ses caractéristiques hygro-mécaniques. Le premier calcul réalisé est un calcul analytique qui permet d'obtenir les propriétés hygro-mécaniques des sous-couches S_1 , S_2 et S_3 à partir des propriétés de la cellulose, de l'hémicellulose et de la lignine. A ce niveau, les propriétés des couches ont un comportement isotrope transverse. La deuxième partie du modèle a été effectuée analytiquement sous Matlab et numériquement sous Ansys. Ces deux modélisations ont été analysées pour différents cas de comportements mécanique et hygroscopique et sur une ou trois couches.

Lors de l'étude d'une sous-couche, S_1 dans le présent travail, les deux modèles montrent des résultats similaires, quels que soient les comportements mécanique et hygroscopiques pris en compte. Mais lors de la vérification avec les constantes de souplesse dans le système obtenu pour les contraintes σ_{xx} et σ_{yy} , et pour un comportement mécanique isotrope transverse, les déformations élastiques analytiques et celles obtenues par vérification ne sont pas les mêmes. Les modèles proposés ne sont donc pas totalement satisfaisants.

Quand on remonte au niveau de la fibre de lin, les modèles analytique et numérique

donnent des résultats comparables si le comportement des trois sous-couches est isotrope. Mais dès que ce comportement est isotrope transverse en mécanique et isotrope ou isotrope transverse en hygroscopie, les déformations totales et hygroscopiques pour le cas de chargement de la dilatation libre sont différentes d'une modélisation à l'autre. Alors qu'une meilleure corrélation apparaît pour le cas de la compression, contrairement aux calculs des contraintes σ_{xx} et σ_{yy} .

Cette modélisation montre encore des insuffisances pour différents comportements aux différentes échelles de la fibre de lin.

Les perspectives de ce travail sont de pouvoir continuer la modélisation de la fibre de lin idéalisée pour un comportement isotrope transverse. De plus, la modélisation numérique sera testée sur la géométrie réelle de la fibre comme montré dans le chapitre 3. La modélisation mise en place lors de cette thèse permettrait aussi de modéliser le comportement hygro-mécanique du composite au cours du temps et dans des environnements sévères. Cette dernière étape est la dernière échelle des modèles numérique et analytique, et elle sera mise en place par l'inclusion de la fibre dans une matrice. Les résultats ainsi obtenus pourront être validés expérimentalement, car il y a moins de difficultés techniques d'un point de vue dimensionnel pour la mise en place d'essais mécaniques sur le composite que sur la fibre de lin seule.

Bibliographie

- [1] FAO. <http://faostat.fao.org/desktopdefault.aspx?pageid=291&lang=fr>.
- [2] M. Karus and M. Kaup. Natural fibres in the european automotive industry. *J. Ind. Hemp*, 7(1):119–131, 2002.
- [3] J. Nichel and U. Riedel. Activities in biocomposites. *Mater. Today*, 6(4):44–48, 2003.
- [4] C. Baley. Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites. *Techniques de l'Ingénieur*, AM 5130:1–12, 2004.
- [5] C. Baley. Analysis of the flax fibres tensile behaviour and analysis of the tensile stiffness increase. *Composite Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 33(n° 7):939–948, 2002.
- [6] C. Baley. Contribution à l'étude de matériaux composites à matrice organique renforcés par ds fibres de lin. *Rapport HDR, Université de Bretagne Sud - Lorient*, 2003.
- [7] C. Baley, Y. Grohens, and I. Pillin. Etat de l'art sur les matériaux composites biodégradables. *Revue des composites et des matériaux composites avancés*, vol. 14:135–166, 2004.
- [8] K. Van de Velde and P. Kiekens. Thermoplastic pultrusion of natural fibre reinforced composites. *Composite Structures*, 54(2-3):355–360, 2001.
- [9] M.J.A. Van den Oever, H.L. Bos, and M. Van Kemenade. Influence of the physical structure of flax fibres on the mechanical properties of flax fibre reinforced polypropylene composites. *Applied Composite Material*, vol. 7(n° 5):387–402, 2000.
- [10] N. Defroidt and al. Assessment of the tensile properties of coir, bamboo and jute fibre. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 41(n°5):588–595, 2010.
- [11] A. K. Bledzki, A. Jaszkiwicz, and D. Scherzer. Mechanical properties of pla composites with man-made cellulose and abaca fibres. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 40(4):404–412, April 2009.

- [12] S. Ochi. Development of high strength biodegradable composites using manila hemp fiber and starch-based biodegradable resin. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 37(11):1879–1883, November 2006.
- [13] F. Vilaseca, A. Valadez-Gonzalez, P.J. Herrera-Franco, M. À. Pèlach, J. P. López, and P. Mutjé. Biocomposites from abaca strands and polypropylene. part i: Evaluation of the tensile properties. *Bioresource Technology*, 101(1):387–395, January 2010.
- [14] M. Brahmakumar, C. Pavithran, and R.M. Pillai. Coconut fibre reinforced polyethylene composites: effect of natural waxy surface layer of the fibre on fibre/matrix interfacial bonding and strength of composites. *Composites Science and Technology*, 65(3-4):563–569, March 2005.
- [15] S. V. Prasad, C. Pavithran, and P. K. Rohatgi. Alkali treatment of coir fibres for coir-polyester composites. *Journal of Materials Science*, 18(5):1443–1454, May 1983.
- [16] N. E. Zafeiropoulos, D. R. Williams, C. A. Baillie, and F. L. Matthews. Engineering and characterisation of the interface in flax fibre/polypropylene composite materials. part i: Development and investigation of surface treatments. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 33(8):1083–1093, August 2002.
- [17] N. E. Zafeiropoulos, C. A. Baillie, and J. M. Hodgkinson. Engineering and characterisation of the interface in flax fibre/polypropylene composite materials. part ii: The effect of surface treatments on the interface. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 33(9):1185–1190, September 2002.
- [18] A. Le Duigou, I. Pillin, P. Bourmaud, A. and Davies, and C. Baley. Effect of recycling on mechanical behaviour of biocompostable flax/poly(l-lactide) composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 39(9):1471–1478, September 2008.
- [19] Paul Wambua, Jan Ivens, and Ignaas Verpoest. Natural fibres: can they replace glass in fibre reinforced plastics? *Composites Science and Technology*, 63(9):1259–1264, July 2003.
- [20] A. G. Facca, M.T. Kortschot, and N. Yan. Predicting the elastic modulus of natural fibre reinforced thermoplastics. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 37(10):1660–1671, October 2006.
- [21] P. Mutjé, A. Lòpez, M.E. Vallejos, J.P. Lòpez, and F. Vilaseca. Full exploitation of cannabis sativa as reinforcement/filler of thermoplastic composite materials. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 38(2):369–377, February 2007.

- [22] A. Bourmaud and C. Baley. Investigations on the recycling of hemp and sisal fibre reinforced polypropylene composites. *Polymer Degradation and Stability*, 92(6):1034–1045, June 2007.
- [23] A. Bourmaud and C. Baley. Rigidity analysis of polypropylene/vegetal fibre composites after recycling. *Polymer Degradation and Stability*, 94(3):297–305, March 2009.
- [24] M. Jacob and K. T. Thomas, S. and Varughese. Mechanical properties of sisal/oil palm hybrid fiber reinforced natural rubber composites. *Composites Science and Technology*, 64(7-8):955–965, June 2004.
- [25] Y. Li, Y.-W. Mai, and L. Ye. Sisal fibre and its composites: a review of recent developments. *Composites Science and Technology*, 60(11):2037–2055, August 2000.
- [26] F. Corrales, F. Vilaseca, M. Llop, J. Giron?s, J.A. M?ndez, and P. Mutj?. Chemical modification of jute fibers for the production of green-composites. *Journal of Hazardous Materials*, 144(3):730–735, June 2007.
- [27] T.-T.-L. Doan, S.-L. Gao, and E. Mäder. Jute/polypropylene composites. part i: Effect of matrix modification. *Composites Science and Technology*, 66(7-8):952–963, June 2006.
- [28] T.-T.-L. Doan, H. Brodowsky, and E. Mäder. Jute fibre/polypropylene composites. part ii: Thermal, hydrothermal and dynamic mechanical behaviour. *Composites Science and Technology*, 67(13):2707–2714, October 2007.
- [29] K. Goda, M.S. Sreekala, A. Gomes, T. Kaji, and J. Ohgi. Improvement of plant based natural fibers for toughening green composites—effect of load application during mercerization of ramie fibers. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 37(12):2213–2220, December 2006.
- [30] F. Windels. Des composites renforcés de fibres végétales. *Fiche Technique CCI Agro-Industrie*, 26:<http://veillestrategique.champagne.ardenne.cci.fr/>, 2007.
- [31] D. Gay. *Matériaux composites*. Hermes Science - Paris - Lavoisier, 2005.
- [32] D. Wyart. Les polymères biodégradables. *Techniques de l'Ingénieur*, AM 3579:1–21, 2007.
- [33] A. Bergeret and P. Krawczak. Liaison renfort/matrice - comportement des composites. *Techniques de l'Ingénieur*, AM 5307:1–19, 2006.
- [34] M.D.H. Beg and K.L. Pickering. Reprocessing of wood fibre reinforced polypropylene composites. part ii: Hygrothermal ageing and its effects. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 39(9):1565 – 1571, 2008.
- [35] M.D.H. Beg and K.L. Pickering. Reprocessing of wood fibre reinforced polypropy-

- lene composites. part i: Effects on physical and mechanical properties. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 39(7):1091 – 1100, 2008.
- [36] J. Vallade. *Structure et développement de la plante. Morphogénèse et biologie de la reproduction des angiospermes*. Dunod, Paris, 1999.
 - [37] K. Persson. *Micromechanical modelling of wood and fibre properties*. PhD thesis, Department of Mechanics and Materials - Lund University, 2000.
 - [38] A. Béakou, R. Ntenga, J. Lepetit, J.A. Atéba, and L.O. Ayina. Physico-chemical and microstructural characterization of "rhectophyllum camerunense" plant fiber. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 39(1):67–74, January 2008.
 - [39] J.P. Thiery. Mise en évidence des polysaccharides sur coupes fines en microscopie électronique. *J. Microsc.*, 6:987, 1967.
 - [40] V. Bossuyt. *Etude de la structure et des propriétés mécaniques de la fibre de lin*. PhD thesis, Lille, 1941.
 - [41] C.T. Brett and K.W. Wamdron. *Physiology and biochemistry of plant cell walls*. Chapman et Hall, 1996.
 - [42] T. Nilsson and P.J. Gustafsson. Influence of dislocation and plasticity on the tensile behaviour of flax and hemp fibres. *Composites: Part A*, 38:1722–1728, 2007.
 - [43] A.J. Panshin and C. deZeeuw. *Textbook of Wood Texchnology Vol 1, 3rd edition*. McGraw-Hill, 1970.
 - [44] R.D. Preston. *The physical biology of plant cell walls*. Chapman and Hall, Halsted Press, 1974.
 - [45] Dietrich Fengel. The ultrastructure of cellulose from wood - part i: Wood as the basic material for the isolation of cellulose. *Wood Science and Technology*, 3(3):203–217, September 1969.
 - [46] Products Laboratory Forest. An interactive java program for determining microfibril angle from x-ray diffraction data. *TechLine*, 4:1–2, 2005.
 - [47] H.F. Jang. Measurement of fibril angle in wood fbres with polarization confocal microscopy. *Journal of pulp and paper science*, 24:224–230, 1998.
 - [48] H. Lichtenegger, A. Reiterer, S.E. stanzl Tschegg, and P. Fratzl. Variation of cellulose microfibril angles in softwoods and hardwoods - a possible strategy of mechanical optimization. *Journal of structural biology*, 128:257–269, 1999.
 - [49] A. K. Bledzki and J. Gassan. Composites reinforced with cellulose based fibres. *Progress in Polymer Science*, 24(2):221–274, May 1999.
 - [50] A. Bergander and L. Salmèn. Cell wall properties and their effects on the mechanical properties of fibers. *Journal of Materials Science*, 37(1):151–156, January 2002.

- [51] A. Chakravarty and J.W.S Hearle. Observations of the tensile properties of ultimate cells of some plant fibres. *Journal of the textile institute*, 58(12):651–656, 1967.
- [52] P. S. Mukherjee and K. G. Satyanarayana. Structure and properties of some vegetable fibres. *Journal of Materials Science*, 21:51–56, 1986. 10.1007/BF01144698.
- [53] P. S. Mukherjee and K. G. Satyanarayana. An empirical evaluation of structure-property relationships in natural fibres and their fracture behaviour. *Journal of Materials Science*, 21:4162–4168, 1986. 10.1007/BF01106524.
- [54] H.P. Stout and J.A. Jenkins. Comparative strengths of some bast and leaf fibres. *Annales Textiles Belges*, 4:231–251, 1955.
- [55] H. H. Wang, J. G. Drummond, S. M. Reath, K. Hunt, and P. A. Watson. An improved fibril angle measurement method for wood fibres. *Wood Science and Technology*, 34:493–503, 2001. 10.1007/s002260000068.
- [56] S.K. Batra. *Handbook of fiber chemistry - Other long vegetable fibers*. M. Lewin and E.M. Pearce, 1998.
- [57] Richard N'Tenga. *Modélisation multi-échelle et caractérisation de l'anisotropie élastique de fibres végétales pour le renforcement de matériaux composites*. PhD thesis, Université Blaise Pascal de clermont ferrand - Université de Yaoundé, 2007.
- [58] R.M. Rowell, J.S. Han, and J.S Rowell. Characterization and factors effecting fiber properties. *Natural Polymers and Agrofibers Bases Composites*, pages 115–134, 2000.
- [59] K. Murali Mohan Rao and K. Mohana Rao. Extraction and tensile properties of natural fibers: Vakka, date and bamboo. *Composite Structures*, 77(3):288 – 295, 2007.
- [60] J. Gassan and A. K. Bledzki. Modification methods on natural fibres and their influence on the properties of the composites. *Plastics*, 54:2552–2557, 1996.
- [61] H.P.S.A Khalil, H.D. Rozman, M.N. Ahmad, and H. Ismail. Acetylated plant-fibre reinforced polyester composites: a study of mechanical, hydrothermal and aging characteristics. *Polym Plast technol Eng.*, 19:757–781, 2000.
- [62] H Lilhot and J.M. Lawther. *"Comprehensive Composite Materials" - Natural cellulose fiber - Chap. 1-10*. Elsevier Science, 2000.
- [63] Marianne Le Troedec, David Sedan, Claire Peyratout, Jean Pierre Bonnet, Agnès Smith, René Guinebretiere, Vincent Gloaguen, and Pierre Krausz. Influence of various chemical treatments on the composition and structure of hemp fibres. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 39(3):514–522, March 2008.
- [64] D.A.I. Goring and T.E. Timelle. Molecular weight of native cellulose. *TAPPI J.*, 45:454–459, 1962.

- [65] J. Warwicker. Swelling of cotton in alkalis and acids. *Journal of applied polymer science*, 13(1):41–54, 1969.
- [66] L. Salmèn. Micromechanical understanding of the cell-wall structure. *Comptes Rendus Biologies*, 327(9-10):873–880, September 2004.
- [67] I. Sakurada, Y. Nukushina, and T. Ito. Experimental determination of the elastic modulus of crystalline regions in oriented polymers. *Journal of Polymer Science*, 57(165):651–660, 1962.
- [68] T. Nishino, K. Takano, and K. Nakamae. Elastic modulus of the crystalline regions of cellulose polymorphs. *Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics*, 33(11):1647–1651, 1995.
- [69] E. Marklund and J. Varna. Modeling the hygroexpansion of aligned wood fiber composites. *Composites Science and Technology*, 69(7-8):1108–1114, June 2009.
- [70] I. D. Cave. Modelling moisture-related mechanical properties of wood part i: Properties of the wood constituents. *Wood Science and Technology*, 12(1):75–86, March 1978.
- [71] W. J. Cousins. Elastic modulus of lignin as related to moisture content. *Wood Science and Technology*, 10(1):9–17, March 1976.
- [72] R.J. Astley, J.J Harrington, and K.A. Stol. Mechanical modelling of wood microstructure, an engineering approach. *IPENZ Transaction*, 24:1/EMCh, 1997.
- [73] Y. Tamaki, T. Konishi, and M. Fukuta, M.and Tako. Isolation and structural characterisation of pectin from endocarp of citrus depressa. *Food Chemistry*, 107(1):352–361, March 2008.
- [74] C. Rihouey, C. Morvan, I. Borissova, A. Jauneau, M. Demarty, and M. Jarvis. Structural features of cdta-soluble pectins from flax hypocotyls. *Carbohydrate Polymers*, 28(2):159–166, 1995.
- [75] E.A. Davis, C. Derouet, C. H. Du Penhoat, and C. Morvan. Isolation and an n.m.r. study of pectins from flax (*linum usitatissimum* l.). *Carbohydrate Research*, 197:205 – 215, 1990.
- [76] B. Fayolle and J. Verdu. Vieillissement physiques des matériaux composites. *Techniques de l'Ingénieur*, AM 3150:1–19, 2005.
- [77] B. Mortaigne. Vieillissement des composites - mécanismes et méthodologie d'étude. *Techniques de l'Ingénieur*, AM 5320:1–21, 2005.
- [78] W. Wang, M. Sain, and P.A. Cooper. Hygrothermal weathering of rice hull/hdpe composites under extreme climatic conditions. *Polymer Degradation and Stability*, 90(3):540–545, December 2005.

- [79] M.D.H. Beg and K.L. Pickering. Mechanical performance of kraft fibre reinforced polypropylene composites: Influence of fibre length, fibre beating and hygrothermal ageing. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 39(11):1748 – 1755, 2008.
- [80] M.D.H. Beg and K.L. Pickering. Accelerated weathering of unbleached and bleached kraft wood fibre reinforced polypropylene composites. *Polymer Degradation and Stability*, 93(10):1939–1946, October 2008.
- [81] CTBA. Rapport de synthèse - etude et caractéristique du pin maritime rétifé ®. Technical report, CTBA, 2008.
- [82] W. J. Cousins. Young’s modulus of hemicellulose as related to moisture content. *Wood Science and Technology*, 12(3):161–167, September 1978.
- [83] R. Neagu and E. Gamstedt. Modelling of effects of ultrastructural morphology on the hygroelastic properties of wood fibres. *Journal of Materials Science*, 42(24):10254–10274, 2007.
- [84] R. Hill. Elastic properties of reinforced solids: Some theoretical principles. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 11(5):357–372, September 1963.
- [85] R. Hill. Theory of mechanical properties of fibre-strengthened materials: I. elastic behaviour. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 12(4):199–212, September 1964.
- [86] J.M. Whitney. Elastic moduli of unidirectionnal composites with anisotropic filaments. *Journal of composite materials*, 1:188–193, 1967.
- [87] Z. Hashin. Analysis of properties of fiber composites with anisotropic constituents. *Journal of Applied Mechanics*, 46:543 – 550, Spetember 1979.
- [88] B. Walter Rosen and Zvi Hashin. Effective thermal expansion coefficients and specific heats of composite materials. *International Journal of Engineering Science*, 8(2):157–173, February 1970.
- [89] R. M. Christensen and K. H. Lo. Solutions for effective shear properties in three phase sphere and cylinder models. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 27(4):315–330, August 1979.
- [90] Z. Hashin and W. Rosen. The elastic moduli of fiber-reinforced material. *J. Appl Mech.*, 31:223–232, 1970.
- [91] E. Marklund, J. Varna, C. Neagu, and Gamstedt. Stiffness of aligned wood fiber composites: Effect of microstructure and phase properties. *Journal of Composites Materials*, 42 N° 22:2377 – 2405, 2008.
- [92] E. Hervé and A. Zaoui. Elastic behaviour of multiply coated fibre-reinforced com-

- posites. *International Journal of Engineering Science*, 33(10):1419–1433, August 1995.
- [93] H. Yamamoto. A model of the anisotropic swelling and shrinking process of wood. part i: Generalization of barber’s wood fiber model. *Wood Science and Technology*, 33(4):311–325, September 1999.
 - [94] H. Yamamoto, F. Sassus, M. Ninomiya, and J. Gril. A model of anisotropic swelling and shrinking process of wood. part ii: A simulation of shrinking wood. *Wood Science and Technology*, 35(1):167–181, April 2001.
 - [95] NF. Barber. A theoretical model of shrinking wood. *Holzforschung*, 22:97–103, 1968.
 - [96] NF. Barber and BA. Meylan. The anisotropic shrinkage of wood. a theoretical model. *Holzforschung*, 19:146–156, 1964.
 - [97] C. Jolicoeur and A. Cardou. An analytical solution for bending of coaxial orthotropic cylinders. *Journal of engineering mechanics*, 120(12):2556–2574, 1994.
 - [98] J. Mercier. *Prise en compte du vieillissement et de l’endommagement dans le dimensionnement de structures en matériaux composites*. PhD thesis, Ecole des Mines de Paris, 2006.
 - [99] L. Benabou and G. Duchanois. Modelling of the hygroelastic behaviour of a wood-based composite for construction. *Composites Science and Technology*, 67(1):45–53, January 2007.
 - [100] D. Derome. model for hysteretic moisture behaviour of wood. In *Proceedings of the Nordic Symposium on Building Physics 2008*, volume vol:2, pages 959–966, 2008.
 - [101] B. Coasen, K.E. Gubbins, and R.J.-M Pellenq. Domain theory for capillary condensation hysteresis. *Phys. Rev. B*, 31(9):9–34, 2005.
 - [102] H. Qing and L. Mishnaevsky Jr. 3d hierarchical computational model of wood as a cellular material with fibril reinforced, heterogeneous multiple layers. *Mechanics of Materials*, 41(9):1034–1049, September 2009.
 - [103] D. Fengel. *The Physics and Chemistry of Wood Pulp Fibres*. Technical Association of the Pulp and Paper Industry, D.H. Page, 1970.
 - [104] J. Fahlén and L. Salmén. Cross-sectional structure of the secondary wall of wood fibers as affected by processing. *Journal of Materials Science*, 38:119–126, 2003. 10.1023/A:1021174118468.
 - [105] J.C. Halpin and J.L. Kardos. Halpin-tsai equations-review. *Polym. Eng.Sci.*, 16:344–352, 1976.
 - [106] H. Qing and L. Mishnaevsky. Moisture-related mechanical properties of softwood:

- 3d micromechanical modeling. *Computational Materials Science*, 46(2):310–320, August 2009.
- [107] <http://www.safilin.com/>.
- [108] K. Charlet. *Contribution de l'étude de composites unidirectionnels renforcés par des fibres de lin : relation entre la microstructure de la fibre et ses propriétés mécaniques*. PhD thesis, Université de Caen, 2006.
- [109] K. Charlet, J.P. Jernot, S. Eve, M. Gomina, and J. Bréard. Multi-scale morphological characterisation of flax: from the stem to the fibrils. *Carbohydrate Polymers*, 82:54–61, 2010.
- [110] Christophe Baley, Claudine Morvan, and Yves Grohens. Influence of the absorbed water on the tensile strength of flax fibers. *Macromolecular Symposia*, 222(1):195–202, 2005.
- [111] H. L. Bos and A. M. Donald. In situ esem study of the deformation of elementary flax fibres. *Journal of Materials Science*, 34:3029–3034, 1999. 10.1023/A:1004650126890.
- [112] J.-C. Roland, M. Mosiniak, and D. Roland. Dynamique du positionnement de la cellulose dans les parois des fibres textiles du lin (*linum usitatissimum*). *Acta botanica gallica*, 142(5):463–484, 1995.
- [113] P.J. Van Soest. Use of detergents in the analysis of fibrous feeds. part ii: A rapid method for the determination of fiber and lignin. *J. Assoc. Off. Agric. Chem.*, 46:829–835, 1963.
- [114] P.J. Van Soest and R.H. Wine. Use of detergents in the analysis of fibrous feeds. part iv: Determination of plant cell-wall constituents. *J. Assoc. Off. Anal. Chem.*, 50:50–55., 1967.
- [115] P.J. Van Soest and R.H. Wine. Determination of lignin and cellulose in acid-detergent fiber with permanganate. *J. Assoc. Off. Anal. Chem.*, 51:780–785, 1968.
- [116] A. Bismark, I. Aranberri-Askargota, and J. Springer. Surface characterization of flax hemp and cellulose fibers - surface properties and the water uptake behaviour. *Polymer Composite*, 23:872–894, 2002.
- [117] I. Lapierre and P. Belmont. Bilan écologique du lin de la graine au tissu. Master's thesis, Ecole Nationale Supérieure des Arts et Industrie Textiles de Roubaix, 1994.
- [118] V. Tserki, N.E. Zafeiropoulos, F. Simon, and C. Panayiotou. A study of the effect of acetylation and propionylation surface treatments on natural fibres. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 36(8):1110 – 1118, 2005. <ce:title>ACMC/SAMPE Conference on Marine Composites (MarComp) 2003</ce:title> <xocs:full-name>ACMC/SAMPE Conference on Marine Composites (MarComp) 2003</xocs:full-name>.

- [119] D.N.S. Hon. *A new dimensional creativity in lignocellulosic chemistry*. M. Dekker Inc., 1996.
- [120] K. Oksman. High quality flax fibre composites manufactures by the resin transfert moulding process. *Journal of reinforced plastics and composites*, 20:621–627, 2001.
- [121] M. Baiardo and M. Zini, E.and Scandola. Flax fibre-polyester composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 35(6):703–710, June 2004.
- [122] S. Marais, F. Gouanvé, A. Bonnesoeur, J. Grenet, F. Poncin-Epaillard, C. Morvan, and M. Métayer. Unsaturated polyester composites reinforced with flax fibers: effect of cold plasma and autoclave treatments on mechanical and permeation properties. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 36(7):975 – 986, 2005.
- [123] J-C. Jannel. Polyesters insaturés up. *Techniques de l'Ingénieur*, AM 3445:1–20, 2005.
- [124] Luperox. <http://www.polyglass.cz/obchod/tlbl/tlluperoxk1.pdf>.
- [125] <http://www.crayvalley.com/fr/>. <http://www.crayvalley.com/fr/>.
- [126] Valley Cray. Norsodyne g703 - résine polyester insaturé. Technical report, Cray, valley, 2010. Information technique.
- [127] C. Geneau. *Procédé d'élaboration d'agraomateriau composite naturel par extrusion bivi et injection moulage de tourteau de tournesol*. PhD thesis, Institut National Polytechnique de Toulouse - ENSIACET, 2006.
- [128] Plastiques Comité Technique ISO/TC 61 and Plastiques Comité Technique CEN/TC 249. Petites enceintes de conditionnement et d'essai utilisant des solutions aqueuses pour maintenir l'humidité à une valeur constante - nf en iso 483, Janvier 2006.
- [129] J. Cranck. *The mathematics of diffusion - Second edition*. Oxford University Press, 1975.
- [130] GS. Park. *Transport principles - solution, diffusion and permeation in polymer membranes, synthetic membranes: science, engineering and application*. Reidel, 1986.
- [131] F. Gouanvé, S. Marais, A. Bessadok, D. Langevin, and M. Métayer. Kinetics of water sorption in flax and pet fibers. *European Polymer Journal*, 43(2):586–598, February 2007.
- [132] A. Angot. *Compléments de mathématiques, Cinquième édition*. Collection technique et scientifique du CNET, 1965.
- [133] A. Stamboulis, C.A. Bailli, and T. Peijs. Effects of environmental conditions on

- mechanical and physical properties of flax fibers. *Composites: Part A*, 32:1105–1115, 2001.
- [134] Carbon fibre - determination of the tensile properties of single-filament specimens, 1996.
- [135] A. Roudier, K. Charlet, F. Moreno, E. Toussaint, C. Gêneau-Sbartai, S. Comme-reuc, V. Verney, and A. Béakou. Caractérisation des propriétés biochimiques et hygroscopiques d’une fibre de lin. In *Matériaux 2010 - 18-22 Octobre - Nantes - France*, 2010.
- [136] A. Roudier, A. Béakou, and E. Toussaint. Modelling of the hygro-mechanical behavior of flax fibres. In *ICCS16 - 28-30 Juin 2011 - Porto - Portugal*, 2011.
- [137] Z. Hashin. On elastic behaviour of fibre reinforced materials of arbitrary transverse phase geometry. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 13(3):119–134, June 1965.

Annexe A

Détails de la méthode Van Soest & Wine

Dans ce paragraphe, la méthode utilisée afin de déterminer le taux de cellulose, d'hémicellulose et de lignine est détaillée.

PRÉPARATION DES SOLUTIONS

Afin d'entreprendre les attaques ADF-NDF, il est nécessaire de confectionner différentes solutions, dont le protocole est décrit ci-dessous.

- Solution NDF : pour 1l de solutions NDF, dissoudre dans de l'eau distillée :
 - 30g de sodium lauryl sulfate ($C_{12}H_{25}NaO_4S$)
 - 18.61g d'éthylène diamine tétra acétate de sodium ($C_{10}H_{16}N_2O_8$)
 - 4.56g de phosphate disodique (Na_2HPO_4)
 - 6.81g de borate de sodium pentahydrate ($Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$)
 - 10ml d'éthylène glycol monoethyl ether ($C_4H_{10}O - 2$)
- Solution ADF : pour 1l de solution ADF, dissoudre dans de l'eau distillée :
 - 20g de Cethyl Triméthyl Ammonium Bromure (CTAB - $C_{19}H_{42}BrN$)
 - 26.8ml d'acide sulfurique concentré (H_2SO_4)

La deuxième attaque ADF est aussi appelée l'attaque de la lignine, car à la fin de cette réaction, on n'obtient plus que de la cellulose. Afin de mettre en place cette attaque, il faut préparer différentes solutions :

- pour la *solution saturée en permanganate de potassium* : dissoudre 50g de permanganate de potassium ($KMnO_4$) dans 1l d'eau distillée,

- pour la *solution tampon*, dissoudre 6g de $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ et 0.15g de $AgNO_3$ dans 100ml d'eau distillée, mélanger à 500ml d'acide acétique pur ajouté de 5g d'acétate de potassium et ajouter 400ml d'alcool butyle tertiaire,
- pour la *solution mixte*, en ajoutant 2 volumes de permanganate de potassium saturé à 1 volume de solution tampon (mélange qui ne se conserve pas),
- pour la solution déminéralisante : dissoudre 50g d'acide oxalique déshydraté dans 700mL d'éthanol à 95%, puis ajouter 50ml d'acide chlorhydrique 12N et 250ml d'eau distillée,
- pour la solution d'éthanol à 80% : mélanger 200ml d'eau distillée à 800ml d'éthanol à 95%
- pour la solution d'acétone : prendre de l'acétone technique

DÉTAILS DU PROTOCOLE

Tout d'abord, tous les frittés doivent être séchés dans un four à 100°C. Les frittés utilisés sont des récipients en verre dont le socle a une porosité de 2, cela signifie que la taille des pores du verre constituant le bas du fritté mesure 40 à 100 μm , filtrant les solutions via une aspiration. Il faut aussi, au préalable, déterminer le taux d'humidité dans l'échantillon. On fait donc sécher un creuset au four afin d'obtenir sa masse anhydre. Ensuite on met environ 1g de fibres broyées dans le creuset ce qui donne la masse M_1 (masse du creuset sec plus 1g de lin), que l'on remet au four à 103°C pendant au moins une nuit. Enfin, on pèse le creuset avec la fibre sèche, ce qui donne la masse M_0 (masse du creuset sec plus la masse de lin anhydre). Ainsi il est possible de déterminer le taux d'humidité de l'échantillon en utilisant la relation A.1 :

$$H\% = \frac{M_1 - M_0}{M_0} \quad (A.1)$$

Le protocole pour la réaction NDF et pour la première réaction ADF est le même :

- Tarer le fritté
- Peser 1 g de matière finement broyée puis le mettre dans un ballon.
- Rajouter 100 ml de solution NDF ou ADF selon la réaction à effectuer.
- Allumer le chauffe-ballon, y mettre le ballon, relier ensuite à un réfrigérant.
- Attendre l'ébullition de la solution puis régler un chronomètre à 1h.
- Au bout d'1h d'ébullition, éteindre le chauffe-ballon et retirer le ballon.
- Mettre le mélange dans un fritté puis sur la pompe à vide et filtrer.
- Rincer à l'eau distillée bouillante jusqu'à ce qu'il n'y ait plus de mousse.

- Faire sécher les frittés dans un four à 103°C pendant 12h.
- Peser les frittés préalablement refroidis dans un dessiccateur.

Pour la deuxième attaque ADF, c'est-à-dire l'attaque à la lignine, seuls les frittés ayant déjà subi la première attaque ADF sont utilisés. Le protocole est le suivant :

- Remplir les frittés "ADF" avec 25 ml de solution mixte.
- Surveiller la solution pendant 1h30 en l'agitant de temps en temps. Dès que la couleur de la solution passe du violet ou marron avant la fin des 1h30, il faut filtrer la solution et remettre 25 ml de solution mixte. Cette opération est à réitérer chaque fois que ce changement de couleur s'effectue avant la fin des 1h30.
- Après 1h30, mettre le fritté sur la pompe à vide et le filtrer.
- Rincer le fritté avec la solution déminéralisante. Dès que celle-ci vire au jaunâtre, la filtrer. Recommencer l'opération jusqu'à ce que les fibres soient blanches. Il ne faut pas dépasser 30 min pour cette étape.
- Laver 2 fois à l'éthanol à 80%.
- Rincer 2 fois à l'acétone.
- Sécher les frittés dans un four à 103°C pendant 12h.
- Peser les frittés préalablement séchés dans un dessiccateur.

Avant de connaître le taux des constituants dans la fibre, il faut déterminer la teneur en matières minérales, ou cendres, qui est déterminée par la perte de masse d'un échantillon d'environ 1g de matière, ayant subi une combustion de 5 h dans un four à 550°C (NF V 03-922). Le taux de matières minérales est donné par la relation A.2.

$$MM_i(\%) = 100 \frac{c_2 - c_0}{c_1 - c_0} \quad (A.2)$$

avec :

- c_0 , la masse du creuset vide (g)
- c_1 , la masse du creuset plein (g)
- c_2 , la masse du creuset calciné (g)

Par différence de masse, on trouve le taux d'hémicellulose, de lignine et de cellulose par rapport à la matière sèche de l'échantillon que l'on détermine avec la relation A.3.

$$MS(\%) = 100 \left(1 - \frac{M_i - M_f}{M_i} \right) \quad (A.3)$$

avec :

- M_i , la masse initiale du creuset et son contenu en gramme,

- M_f , la masse finale du creuset et son contenu sec en gramme,

Calcul du taux de cellulose

$$C(\%) = 100 \frac{(f_3 - f_0)(1 - \frac{MM_a}{100})}{(f_1 - f_0) \frac{MS}{100}} \quad (\text{ A.4})$$

avec :

- C, la teneur en cellulose par rapport à la matière sèche de l'échantillon (%)
- MS, le pourcentage de matière sèche de l'échantillon à analyser,
- f_0 , la masse du fritté vide (g)
- f_1 , la masse du fritté plein (g)
- f_3 , la masse du fritté sec après l'attaque de la lignine au permanganate de potassium (g)

Calcul du taux de lignine

$$L(\%) = 100 \frac{(f_2 - f_3)}{(f_1 - f_0) \frac{MS}{100}} \quad (\text{ A.5})$$

avec :

- L, la teneur en lignines par rapport à la matière sèche de l'échantillon (%)
- f_2 , la masse du fritté sec après la réaction ADF (g)

Calcul du taux d'hémicellulose

$$HC(\%) = 100 \frac{(f_2 - f_0) - \frac{MS}{100}(f_1 - f_0)(\frac{MM_n}{100} + \frac{C}{100} + \frac{L}{100})}{(f_1 - f_0) \frac{MS}{100}} \quad (\text{ A.6})$$

avec :

- HC, la teneur en hémicelluloses par rapport à la matière sèche de l'échantillon (%)
- C et L, les teneurs en cellulose et lignines par rapport à la matière sèche de l'échantillon (%) obtenues par les relations A.4 et A.5

Annexe B

Modèle analytique - Passage de l'échelle mésoscopique à l'échelle macroscopique

Cet annexe présente l'écriture du modèle analytique permettant d'obtenir les propriétés hygro-mécanique de la fibre à partir des propriétés des sous-couches dans le repère cartésien de la fibre.

On considère que le matériau a une symétrie monoclinique, ce matériau est soumis à diverses sollicitations mécaniques et à une variation de l'hygrométrie.

On peut écrire :

- le champ de déplacement dans $(\vec{e}_r, \vec{e}_\theta, \vec{z})$:

$$\vec{u} = \begin{cases} u(r) \\ v(r,z) = rh(z) \\ w(z) \end{cases} \quad (B.1)$$

- le champ de déformation dans $(\vec{e}_r, \vec{e}_\theta, \vec{z})$:

$$\epsilon_{rr} = \frac{du}{dr}; \quad \epsilon_{\theta\theta} = \frac{u}{r}; \quad \epsilon_{zz} = \frac{dw}{dz}; \quad \epsilon_{\theta z} = \frac{1}{2} \frac{\partial v}{\partial z}; \quad \epsilon_{rz} = 0; \quad \epsilon_{r\theta} = 0 \quad (B.2)$$

- la loi de comportement hydro-élastique des sous couches pariétales

Les sous-couches ont un comportement orthotrope dans la base $(\vec{e}_r, \vec{e}_T, \vec{e}_L)$. En passant de cette base à la base $(\vec{e}_r, \vec{e}_\theta, \vec{z})$, le comportement du matériau devient monoclinique.

On a alors

$$[\sigma] = [C][\epsilon^{el}] = [C][\epsilon - \epsilon^h] \quad (B.3)$$

Avec $[C]$ la matrice des constantes élastiques dont la forme est donnée par l'équation B.4, $[\epsilon]$ le tenseur des déformations totales et $[\epsilon^h]$ le tenseur donnée par l'équation B.5 :

$$[C] = \begin{Bmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{13} & C_{14} & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{22} & C_{23} & C_{24} & 0 & 0 \\ C_{13} & C_{23} & C_{33} & C_{34} & 0 & 0 \\ C_{14} & C_{24} & C_{34} & C_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & C_{55} & C_{56} \\ 0 & 0 & 0 & 0 & C_{56} & C_{66} \end{Bmatrix} \quad (\text{ B.4})$$

et

$$[\epsilon^h] = \begin{Bmatrix} \epsilon_{rr}^h & \epsilon_{r\theta}^h & \epsilon_{rz}^h \\ \epsilon_{r\theta}^h & \epsilon_{\theta\theta}^h & \epsilon_{\theta z}^h \\ \epsilon_{rz}^h & \epsilon_{\theta z}^h & \epsilon_{zz}^h \end{Bmatrix} = \begin{Bmatrix} \beta_{rr} & 0 & 0 \\ 0 & \beta_{\theta\theta} & \beta_{\theta z} \\ 0 & \beta_{\theta z} & \beta_{zz} \end{Bmatrix} \Delta H \quad (\text{ B.5})$$

Les C_{ij} et les β_{ij} sont fonction des constantes dans le repère d'orthotropie et de l'angle des microfibrilles des sous-couches.

- le champ de contraintes

$$\begin{Bmatrix} \sigma_{rr} \\ \sigma_{\theta\theta} \\ \sigma_{zz} \\ \sigma_{\theta z} \\ \sigma_{rz} \\ \sigma_{r\theta} \end{Bmatrix} = C \left(\begin{Bmatrix} \epsilon_{rr} \\ \epsilon_{\theta\theta} \\ \epsilon_{zz} \\ 2\epsilon_{\theta z} \\ 2\epsilon_{rz} \\ 2\epsilon_{r\theta} \end{Bmatrix} - \begin{Bmatrix} \epsilon_{rr}^h \\ \epsilon_{\theta\theta}^h \\ \epsilon_{zz}^h \\ 2\epsilon_{\theta z}^h \\ 2\epsilon_{rz}^h \\ 2\epsilon_{r\theta}^h \end{Bmatrix} \right) \quad (\text{ B.6})$$

D'où

$$\sigma_{rr} = C_{11} \frac{du}{dr} + C_{12} \frac{u}{r} + C_{13} \frac{dw}{dz} + C_{14} \frac{\partial v}{\partial z} - (C_{11}\beta_{rr} + C_{12}\beta_{\theta\theta} + C_{13}\beta_{zz} + 2C_{14}\beta_{\theta z})\Delta H$$

$$\sigma_{\theta\theta} = C_{12} \frac{du}{dr} + C_{22} \frac{u}{r} + C_{23} \frac{dw}{dz} + C_{24} \frac{\partial v}{\partial z} - (C_{12}\beta_{rr} + C_{22}\beta_{\theta\theta} + C_{23}\beta_{zz} + 2C_{24}\beta_{\theta z})\Delta H$$

$$\sigma_{zz} = C_{13} \frac{du}{dr} + C_{23} \frac{u}{r} + C_{33} \frac{dw}{dz} + C_{34} \frac{\partial v}{\partial z} - (C_{13}\beta_{rr} + C_{23}\beta_{\theta\theta} + C_{33}\beta_{zz} + 2C_{34}\beta_{\theta z})\Delta H$$

$$\sigma_{\theta z} = C_{14} \frac{du}{dr} + C_{24} \frac{u}{r} + C_{34} \frac{dw}{dz} + C_{44} \frac{\partial v}{\partial z} - (C_{14}\beta_{rr} + C_{24}\beta_{\theta\theta} + C_{34}\beta_{zz} + 2C_{44}\beta_{\theta z})\Delta H$$

$$\sigma_{rz} = 0$$

$$\sigma_{r\theta} = 0$$

(B.7)

- les équations d'équilibre

$$\left\{ \begin{array}{l} \frac{\partial \sigma_{rr}}{\partial r} + \frac{\sigma_{rr} - \sigma_{\theta\theta}}{r} = 0 \quad (1) \\ \frac{\partial \sigma_{\theta z}}{\partial z} = 0 \quad (2) \\ \frac{\partial \sigma_{zz}}{\partial z} = 0 \quad (3) \end{array} \right. \quad (B.8)$$

En combinant les équations B.7 et B.8, on obtient le système B.9:

$$\left\{ \begin{array}{l} C_{34} \frac{d^2 w}{dz^2} + C_{44} \frac{\partial^2 v}{\partial z^2} = 0 \\ C_{33} \frac{d^2 w}{dz^2} + C_{34} \frac{\partial^2 v}{\partial z^2} = 0 \end{array} \right. \quad (B.9)$$

En multipliant les deux lignes du système B.9 par C_{33} , en les soustrayant et en supposant que $C_{34}^2 - C_{33}C_{44} \neq 0$, on obtient l'équation B.10.

$$\frac{\partial^2 v}{\partial z^2} = 0 \quad (B.10)$$

Le déplacement suivant l'axe \vec{e}_θ s'écrit donc :

$$v(r, z) = r(cz + d) \quad (B.11)$$

De même, en multipliant les deux lignes du système B.9 par C_{34} , en les soustrayant et en supposant que $C_{34}^2 - C_{33}C_{44} \neq 0$, il est possible de déterminer le déplacement suivant

l'axe \vec{e}_z , donnée par l'équation B.12.

$$w(z) = az + b \quad (\text{ B.12})$$

Il faudra donc déterminer les inconnues a, b, c et d avec les conditions limites des déplacements.

Il faut maintenant déterminer le déplacement suivant l'axe \vec{e}_r , en utilisant la première équation d'équilibre du système B.8, on obtient alors l'équation B.13.

$$r^2 \frac{d^2 u}{dr^2} + r \frac{du}{dr} - \frac{C_{22}}{C_{11}} u = (\bar{\beta} \Delta H - Aa) r + Bcr^2 \quad (\text{ B.13})$$

Avec : $A = -\frac{C_{13} - C_{23}}{C_{11}}$, $B = \frac{C_{24} - 2C_{14}}{C_{11}}$ et

$$\bar{\beta} = \frac{(C_{11} - C_{12})\beta_{rr} + (C_{12} - C_{22})\beta_{\theta\theta} + (C_{13} - C_{23})\beta_{zz} + 2(C_{14} - C_{24})\beta_{\theta z}}{C_{11}}$$

L'équation différentielle de la relation B.13 est l'équation d'Euler du second ordre sans second membre donné par l'équation B.14.

$$x^2 \frac{d^2 y}{dx^2} + \gamma x \frac{dy}{dx} + \delta y = 0 \quad (\text{ B.14})$$

avec $a = 1$ et $b = -\frac{C_{22}}{C_{11}}$. On a bien $(1 - a)^2 \geq 4b$.

La solution homogène de l'équation B.13 est donc de la forme :

$$u_{hom}(r) = Cr^\mu + Dr^{-\mu} \quad (\text{ B.15})$$

Avec $\mu = \frac{1}{2} \sqrt{|(1 - a)^2 - 4b|} = \frac{1}{2} \sqrt{|-4b|} = \sqrt{\frac{C_{22}}{C_{11}}}$

Et la solution particulière est de la forme :

$$u_{part}(r) = K_1 r + K_2 r^2 \quad (\text{ B.16})$$

Grâce aux équations B.13 et B.16, On arrive à l'équation B.17 suivante :

$$K_2 \left(\frac{4C_{11} - C_{22}}{C_{11}} \right) r^2 + K_1 \left(\frac{C_{11} - C_{22}}{C_{11}} \right) r = (\bar{\beta} \Delta H - Aa) r + Bcr^2 \quad (\text{ B.17})$$

d'où

$$K_1 = \frac{C_{11}}{C_{11} - C_{22}} (\bar{\beta} \Delta H - Aa)$$

$$K_2 = \frac{C_{11}}{4C_{11} - C_{22}} BC$$

Donc, la solution particulière de l'équation B.13 s'écrit :

$$u_{part}(r) = C_{11} \left(\frac{\bar{\beta}\Delta H - Aa}{C_{11} - C_{22}} r + \frac{Bc}{4C_{11} - C_{22}} r^2 \right) \quad (B.18)$$

Au final, le déplacement $u(r)$ est donné par l'équation B.19 :

$$\begin{aligned} u(r) &= u_{hom}(r) + u_{part}(r) \\ &= Cr^\mu + Dr^{-\mu} + C_{11} \left(\frac{\bar{\beta}\Delta H - Aa}{C_{11} - C_{22}} r + \frac{Bc}{4C_{11} - C_{22}} r^2 \right) \\ u(r) &= Cr^\mu + Dr^{-\mu} + Ear + F\bar{\beta}\Delta Hr + Gcr^2 \end{aligned} \quad (B.19)$$

Avec : $\mu = \frac{C_{22}}{C_{11}}$, $E = \frac{AC_{11}}{C_{11} - C_{22}} = \frac{C_{23} - C_{13}}{C_{11} - C_{22}}$, $F = \frac{C_{11}}{C_{11} - C_{22}}$ et $G = \frac{BC_{11}}{4C_{11} - C_{22}} = \frac{C_{24} - 2C_{14}}{4C_{11} - C_{22}}$.

On a donc déterminé $u(r)$, $v(r,z)$ et $w(z)$, on connaît ainsi le champ de déplacement. Il ne reste plus qu'à déterminer les constantes a , b , c , d , C , et D .

DILATATION LIBRE : ESTIMATION DES COEFFICIENTS MOYENS DE DILATATION HYGROSCOPIQUE

Les trois cylindres concentriques, représentant les sous-couches sont bloqués en $z = 0$ suivant \vec{e}_θ et \vec{z} .

D'où $v(r, z) = w(z) = 0$ en $z = 0$ donc $b = d = 0$.

On désigne par r_1 et r_4 les rayons intérieur et extérieur de l'assemblage des trois cylindres respectivement et par r_2 et r_3 , les interfaces $S_1 - S_2$ et $S_2 - S_3$ respectivement. Les conditions aux limites s'écrivent :

- Continuité des déplacements aux interfaces

* Interface $S_1 - S_2$

$$u^1(r_2) = u^2(r_2) \quad (B.20)$$

$$v^1(r_2, z) = v^2(r_2, z) \quad (B.21)$$

$$w^1(z) = w^2(z) \quad (B.22)$$

* Interface $S_2 - S_3$

$$u^2(r_3) = u^3(r_3) \quad (B.23)$$

$$v^2(r_3, z) = v^3(r_3, z) \quad (B.24)$$

$$w^2(z) = w^3(z) \quad (B.25)$$

- Conditions de pression interne et externe

$$\sigma_{rr}^1(r_1) = -p_1 \quad (B.26)$$

$$\sigma_{rr}^3(r_4) = -p_2 \quad (B.27)$$

- Continuité du vecteur contrainte aux interfaces

$$\sigma_{rr}^1(r_2) = \sigma_{rr}^2(r_2) \quad (B.28)$$

$$\sigma_{rr}^2(r_3) = \sigma_{rr}^3(r_3) \quad (B.29)$$

- Conditions de force résultante et de moment résultant nuls en $z = L$

$$F = \int_S \sigma_{zz} dS = \int \sigma_{zz} 2\pi r dr = 0 \quad (\text{B.30})$$

$$M = \int_S \sigma_{\theta z} r dS = \int \sigma_{\theta z} 2\pi r^2 dr = 0 \quad (\text{B.31})$$

En prenant les équations (6) et (9), on a $a_1 = a_2 = a_3 = a \forall z$, et en prenant les équations (5) et (8), on a $c_1 = c_2 = c_3 = c \forall z$.

Finalement, on a huit inconnues à déterminer : $a, c, C^1, C^2, C^3, D^1, D^2 \text{ et } D^3$

$$\begin{aligned} u^1(r) &= C^1 r^{\mu_1} + D^1 r^{-\mu_1} + E^1 ar + F^1 \bar{\beta}_1 \Delta H + G^1 cr^2 \\ u^2(r) &= C^2 r^{\mu_2} + D^2 r^{-\mu_2} + E^2 ar + F^2 \bar{\beta}_2 \Delta H + G^2 cr^2 \\ u^3(r) &= C^3 r^{\mu_3} + D^3 r^{-\mu_3} + E^3 ar + F^3 \bar{\beta}_3 \Delta H + G^3 cr^2 \end{aligned}$$

En prenant les équations (4) et (7), on obtient respectivement :

$$\begin{aligned} (E^1 - E^2)ar_2 + (G^1 - G^2)cr_2^2 + C^1 r_2^{\mu_1} - C^2 r_2^{\mu_2} + D^1 r_2^{-\mu_1} - D^2 r_2^{-\mu_2} &= (F^2 \bar{\beta}^2 - F^1 \bar{\beta}^1) \Delta H \\ (E^2 - E^3)ar_3 + (G^2 - G^3)cr_3^2 + C^2 r_3^{\mu_2} - C^3 r_3^{\mu_3} + D^2 r_3^{-\mu_2} - D^3 r_3^{-\mu_3} &= (F^3 \bar{\beta}^3 - F^2 \bar{\beta}^2) \Delta H \end{aligned}$$

A partir du champ de déplacement, les contraintes s'écrivent :

$$\begin{aligned} \sigma_{rr} &= (\mu C_{11} + C_{12})Cr^{\mu-1} + (C_{12} - \mu C_{11})Dr^{-\mu-1} + ((C_{11} + C_{12})E + C_{13})a + \\ &((2C_{11} + C_{12})G + C_{14})cr + ((C_{11} + C_{12})F\bar{\beta} - (C_{11}\beta_{rr} + C_{12}\beta_{\theta\theta} + C_{13}\beta_{zz} + 2C_{14}\beta_{\theta z}))\Delta H \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \sigma_{\theta\theta} &= (\mu C_{12} + C_{22})Cr^{\mu-1} + (C_{22} - \mu C_{12})Dr^{-\mu-1} + ((C_{12} + C_{22})E + C_{23})a + \\ &((2C_{12} + C_{22})G + C_{24})cr + ((C_{12} + C_{22})F\bar{\beta} - (C_{12}\beta_{rr} + C_{22}\beta_{\theta\theta} + C_{23}\beta_{zz} + 2C_{24}\beta_{\theta z}))\Delta H \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \sigma_{zz} &= (\mu C_{13} + C_{23})Cr^{\mu-1} + (C_{23} - \mu C_{13})Dr^{-\mu-1} + ((C_{13} + C_{23})E + C_{33})a + \\ &((2C_{13} + C_{23})G + C_{34})cr + ((C_{13} + C_{23})F\bar{\beta} - (C_{13}\beta_{rr} + C_{23}\beta_{\theta\theta} + C_{33}\beta_{zz} + 2C_{34}\beta_{\theta z}))\Delta H \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \sigma_{\theta z} &= (\mu C_{14} + C_{24})Cr^{\mu-1} + (C_{24} - \mu C_{14})Dr^{-\mu-1} + ((C_{14} + C_{24})E + C_{34})a + \\ &((2C_{14} + C_{24})G + C_{44})cr + ((C_{14} + C_{24})F\bar{\beta} - (C_{14}\beta_{rr} + C_{24}\beta_{\theta\theta} + C_{34}\beta_{zz} + 2C_{44}\beta_{\theta z}))\Delta H \end{aligned}$$

L'équation (10) donne :

$$\begin{aligned} (\mu_1 C_{11}^1 + C_{12}^1)C^1 r_1^{\mu_1-1} + (C_{12}^1 - \mu_1 C_{11}^1)D^1 r_1^{-\mu_1-1} + ((C_{11}^1 + C_{12}^1)E^1 + C_{13}^1)a + \\ ((2C_{11}^1 + C_{12}^1)G^1 + C_{14}^1)cr_1 = -((C_{11}^1 + C_{12}^1)F^1 \bar{\beta}^1 - (C_{11}^1 \beta_{rr}^1 + C_{12}^1 \beta_{\theta\theta}^1 + C_{13}^1 \beta_{zz}^1 + 2C_{14}^1 \beta_{\theta z}^1))\Delta H - p_1 \end{aligned}$$

L'équation (11) donne :

$$(\mu_3 C_{11}^3 + C_{12}^3) C^3 r_4^{\mu_3-1} + (C_{12}^3 - \mu_3 C_{11}^3) D^3 r_4^{-\mu_3-1} + ((C_{11}^3 + C_{12}^3) E^3 + C_{13}^3) a + \\ ((2C_{11}^3 + C_{12}^3) G^3 + C_{14}^3) c r_4 = -((C_{11}^3 + C_{12}^3) F^3 \bar{\beta}^3 - (C_{11}^3 \beta_{rr}^3 + C_{12}^3 \beta_{\theta\theta}^3 + C_{13}^3 \beta_{zz}^3 + 2C_{14}^3 \beta_{\theta z}^3)) \Delta H - p_2$$

L'équation (12) donne :

$$(\mu_1 C_{11}^1 + C_{12}^1) C^1 r_2^{\mu_1-1} + (C_{12}^1 - \mu_1 C_{11}^1) D^1 r_2^{-\mu_1-1} - (\mu_2 C_{11}^2 + C_{12}^2) C^2 r_2^{\mu_2-1} \\ - (C_{12}^2 - \mu_2 C_{11}^2) D^2 r_2^{-\mu_2-1} + [(C_{11}^1 + C_{12}^1) E^1 + C_{13}^1 - (C_{11}^2 + C_{12}^2) E^2 - C_{13}^2] a \\ + [(2C_{11}^1 + C_{12}^1) G^1 + C_{14}^1 - (2C_{11}^2 + C_{12}^2) G^2 - C_{14}^2] c r_2 = \\ [(C_{11}^2 + C_{12}^2) F^2 \bar{\beta}^2 - (C_{11}^1 + C_{12}^1) F^1 \bar{\beta}^1 + (C_{11}^1 \beta_{rr}^1 + C_{12}^1 \beta_{\theta\theta}^1 + C_{13}^1 \beta_{zz}^1 + 2C_{14}^1 \beta_{\theta z}^1) - \\ (C_{11}^2 \beta_{rr}^2 + C_{12}^2 \beta_{\theta\theta}^2 + C_{13}^2 \beta_{zz}^2 + 2C_{14}^2 \beta_{\theta z}^2)] \Delta H$$

L'équation (13) donne :

$$(\mu_2 C_{11}^2 + C_{12}^2) C^2 r_3^{\mu_2-1} + (C_{12}^2 - \mu_2 C_{11}^2) D^2 r_3^{-\mu_2-1} - (\mu_3 C_{11}^3 + C_{12}^3) C^3 r_3^{\mu_3-1} \\ - (C_{12}^3 - \mu_3 C_{11}^3) D^3 r_3^{-\mu_3-1} + [(C_{11}^2 + C_{12}^2) E^2 + C_{13}^2 - (C_{11}^3 + C_{12}^3) E^3 - C_{13}^3] a \\ + [(2C_{11}^2 + C_{12}^2) G^2 + C_{14}^2 - (2C_{11}^3 + C_{12}^3) G^3 - C_{14}^3] c r_3 = \\ [(C_{11}^3 + C_{12}^3) F^3 \bar{\beta}^3 - (C_{11}^2 + C_{12}^2) F^2 \bar{\beta}^2 + (C_{11}^2 \beta_{rr}^2 + C_{12}^2 \beta_{\theta\theta}^2 + C_{13}^2 \beta_{zz}^2 + 2C_{14}^2 \beta_{\theta z}^2) - \\ (C_{11}^3 \beta_{rr}^3 + C_{12}^3 \beta_{\theta\theta}^3 + C_{13}^3 \beta_{zz}^3 + 2C_{14}^3 \beta_{\theta z}^3)] \Delta H$$

L'équation (14) s'écrit :

$$F = \int_{r_1}^{r_4} \sigma_{zz} 2\pi r dr = 0 \\ \int_{r_1}^{r_2} \sigma_{zz}^1 r dr + \int_{r_2}^{r_3} \sigma_{zz}^2 r dr + \int_{r_3}^{r_4} \sigma_{zz}^3 r dr = 0$$

D'où :

$$\begin{aligned}
& (\mu_1 C_{13}^1 + C_{23}^1) C^1 \frac{r_2^{\mu_1+1} - r_1^{\mu_1+1}}{\mu_1 + 1} + (C_{23}^1 - \mu_1 C_{13}^1) D^1 \frac{r_2^{-\mu_1+1} - r_1^{-\mu_1+1}}{-\mu_1 + 1} + \\
& ((C_{13}^1 + C_{23}^1) E^1 + C_{33}^1) a \frac{r_2^2 - r_1^2}{2} + ((2C_{13}^1 + C_{23}^1) G^1 + C_{34}^1) c \frac{r_2^3 - r_1^3}{3} + \\
& ((C_{13}^1 + C_{23}^1) F^1 \bar{\beta}^1 - (C_{13}^1 \beta_{rr}^1 + C_{23}^1 \beta_{\theta\theta}^1 + C_{33}^1 \beta_{zz}^1 + 2C_{34}^1 \beta_{\theta z}^1)) \Delta H \frac{r_2^2 - r_1^2}{2} + \\
& (\mu_2 C_{13}^2 + C_{23}^2) C^2 \frac{r_3^{\mu_2+1} - r_4^{\mu_2+1}}{\mu_2 + 1} + (C_{23}^2 - \mu_2 C_{13}^2) D^2 \frac{r_3^{-\mu_2+1} - r_4^{-\mu_2+1}}{-\mu_2 + 1} + \\
& ((C_{13}^2 + C_{23}^2) E^2 + C_{33}^2) a \frac{r_3^2 - r_2^2}{2} + ((2C_{13}^2 + C_{23}^2) G^2 + C_{34}^2) c \frac{r_3^3 - r_2^3}{3} + \\
& ((C_{13}^2 + C_{23}^2) F^2 \bar{\beta}^2 - (C_{13}^2 \beta_{rr}^2 + C_{23}^2 \beta_{\theta\theta}^2 + C_{33}^2 \beta_{zz}^2 + 2C_{34}^2 \beta_{\theta z}^2)) \Delta H \frac{r_3^2 - r_2^2}{2} + \\
& (\mu_3 C_{13}^3 + C_{23}^3) C^3 \frac{r_4^{\mu_3+1} - r_3^{\mu_3+1}}{\mu_3 + 1} + (C_{23}^3 - \mu_3 C_{13}^3) D^3 \frac{r_4^{-\mu_3+1} - r_3^{-\mu_3+1}}{-\mu_3 + 1} + \\
& ((C_{13}^3 + C_{23}^3) E^3 + C_{33}^3) a \frac{r_4^2 - r_3^2}{2} + ((2C_{13}^3 + C_{23}^3) G^3 + C_{34}^3) c \frac{r_4^3 - r_3^3}{3} + \\
& ((C_{13}^3 + C_{23}^3) F^3 \bar{\beta}^3 - (C_{13}^3 \beta_{rr}^3 + C_{23}^3 \beta_{\theta\theta}^3 + C_{33}^3 \beta_{zz}^3 + 2C_{34}^3 \beta_{\theta z}^3)) \Delta H \frac{r_4^2 - r_3^2}{2} = 0
\end{aligned}$$

L'équation (15) s'écrit :

$$\begin{aligned}
M &= \int_r \sigma_{\theta z} 2\pi r^2 dr = 0 \\
\int_{r_1}^{r_2} \sigma_{\theta z}^1 r^2 dr + \int_{r_2}^{r_3} \sigma_{\theta z}^2 r^2 dr + \int_{r_3}^{r_4} \sigma_{\theta z}^3 r^2 dr &= 0
\end{aligned}$$

D'où :

$$\begin{aligned}
& (\mu_1 C_{14}^1 + C_{24}^1) C^1 \frac{r_2^{\mu_1+2} - r_1^{\mu_1+2}}{\mu_1 + 2} + (C_{24}^1 - \mu_1 C_{14}^1) D^1 \frac{r_2^{-\mu_1+2} - r_1^{-\mu_1+2}}{-\mu_1 + 2} + \\
& ((C_{14}^1 + C_{24}^1) E^1 + C_{34}^1) a \frac{r_2^3 - r_1^3}{3} + ((2C_{14}^1 + C_{24}^1) G^1 + C_{44}^1) c \frac{r_2^4 - r_1^4}{4} + \\
& ((C_{14}^1 + C_{24}^1) F^1 \bar{\beta}^1 - (C_{14}^1 \beta_{rr}^1 + C_{24}^1 \beta_{\theta\theta}^1 + C_{34}^1 \beta_{zz}^1 + 2C_{44}^1 \beta_{\theta z}^1)) \Delta H \frac{r_2^3 - r_1^3}{3} + \\
& (\mu_2 C_{14}^2 + C_{24}^2) C^2 \frac{r_3^{\mu_2+2} - r_4^{\mu_2+2}}{\mu_2 + 2} + (C_{24}^2 - \mu_2 C_{14}^2) D^2 \frac{r_3^{-\mu_2+2} - r_4^{-\mu_2+2}}{-\mu_2 + 2} + \\
& ((C_{14}^2 + C_{24}^2) E^2 + C_{34}^2) a \frac{r_3^3 - r_2^3}{3} + ((2C_{14}^2 + C_{24}^2) G^2 + C_{44}^2) c \frac{r_3^4 - r_2^4}{4} + \\
& ((C_{14}^2 + C_{24}^2) F^2 \bar{\beta}^2 - (C_{14}^2 \beta_{rr}^2 + C_{24}^2 \beta_{\theta\theta}^2 + C_{34}^2 \beta_{zz}^2 + 2C_{44}^2 \beta_{\theta z}^2)) \Delta H \frac{r_3^3 - r_2^3}{3} + \\
& (\mu_3 C_{14}^3 + C_{24}^3) C^3 \frac{r_4^{\mu_3+2} - r_3^{\mu_3+2}}{\mu_3 + 2} + (C_{24}^3 - \mu_3 C_{14}^3) D^3 \frac{r_4^{-\mu_3+2} - r_3^{-\mu_3+2}}{-\mu_3 + 2} + \\
& ((C_{14}^3 + C_{24}^3) E^3 + C_{34}^3) a \frac{r_4^3 - r_3^3}{3} + ((2C_{14}^3 + C_{24}^3) G^3 + C_{44}^3) c \frac{r_4^4 - r_3^4}{4} + \\
& ((C_{14}^3 + C_{24}^3) F^3 \bar{\beta}^3 - (C_{14}^3 \beta_{rr}^3 + C_{24}^3 \beta_{\theta\theta}^3 + C_{34}^3 \beta_{zz}^3 + 2C_{44}^3 \beta_{\theta z}^3)) \Delta H \frac{r_4^3 - r_3^3}{3} = 0
\end{aligned}$$

Finalement, avec $p_1 = p_2 = 0$, on obtient un système de 8 équation à huit inconnues sous la forme :

$$\begin{bmatrix} R_{11} & R_{12} & R_{13} & R_{14} & R_{15} & R_{16} & R_{17} & R_{18} \\ R_{21} & R_{22} & R_{23} & R_{24} & R_{25} & R_{26} & R_{27} & R_{28} \\ R_{31} & R_{32} & R_{33} & R_{34} & R_{35} & R_{36} & R_{37} & R_{38} \\ R_{41} & R_{42} & R_{43} & R_{44} & R_{45} & R_{46} & R_{47} & R_{48} \\ R_{51} & R_{52} & R_{53} & R_{54} & R_{55} & R_{56} & R_{57} & R_{58} \\ R_{61} & R_{62} & R_{63} & R_{64} & R_{65} & R_{66} & R_{67} & R_{68} \\ R_{71} & R_{72} & R_{73} & R_{74} & R_{75} & R_{76} & R_{77} & R_{78} \\ R_{81} & R_{82} & R_{83} & R_{84} & R_{85} & R_{86} & R_{87} & R_{88} \end{bmatrix} \begin{pmatrix} a \\ c \\ C^1 \\ C^2 \\ C^3 \\ D^1 \\ D^2 \\ D^3 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} Y_1 \\ Y_2 \\ Y_3 \\ Y_4 \\ Y_5 \\ Y_6 \\ Y_7 \\ Y_8 \end{pmatrix} \Delta H$$

La résolution du système précédent permet de calculer les inconnues $a, c, C^1, C^2, C^3, D^1, D^2, D^3$ et d'exprimer les déformations en fonction de ΔH . Il est alors possible de calculer les déformations macroscopiques E_{ij} (moyennes sur le volumes des déformation microscopiques (équations (14) et (15)) et d'obtenir les coefficients macroscopiques d'expansion hygrosopiques Γ_{ij} tel que :

$$\begin{bmatrix} \epsilon_{macro_{rr}}^h & \epsilon_{macro_{r\theta}}^h & \epsilon_{macro_{rz}}^h \\ \epsilon_{macro_{r\theta}}^h & \epsilon_{macro_{\theta\theta}}^h & \epsilon_{macro_{\theta z}}^h \\ \epsilon_{macro_{rz}}^h & \epsilon_{macro_{\theta z}}^h & \epsilon_{macro_{zz}}^h \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} B_{rr}^h & 0 & 0 \\ 0 & B_{\theta\theta}^h & B_{\theta z}^h \\ 0 & B_{\theta z}^h & B_{zz}^h \end{bmatrix} \Delta H$$

On a :

$$\epsilon_{macro_{rr}}^h = \frac{1}{V} \int_V \epsilon_{rr} r dr d\theta dz$$

$$\epsilon_{macro_{\theta\theta}}^h = \frac{1}{V} \int_V \epsilon_{\theta\theta} r dr d\theta dz$$

$$\epsilon_{macro_{zz}}^h = \frac{1}{V} \int_V \epsilon_{zz} r dr d\theta dz$$

$$\epsilon_{macro_{\theta z}}^h = \frac{1}{V} \int_V \epsilon_{\theta z} r dr d\theta dz$$

$$\epsilon_{macro_{r\theta}}^h = \frac{1}{V} \int_V \epsilon_{r\theta} r dr d\theta dz$$

$$\epsilon_{macro_{rz}}^h = \frac{1}{V} \int_V \epsilon_{rz} r dr d\theta dz$$

Avec :

$$\epsilon_{rr} = \frac{du}{dr} = C\mu r^{\mu-1} - D\mu r^{-\mu-1} + Ea + F\bar{\beta}\Delta H + 2Gcr$$

$$\epsilon_{\theta\theta} = \frac{u}{r} = Cr^{\mu-1} + Dr^{-\mu-1} + Ea + F\bar{\beta}\Delta H + Gcr$$

$$\begin{aligned}\epsilon_{zz} &= \frac{dw}{dz} = a \\ \epsilon_{\theta z} &= \frac{1}{2}r \frac{dh}{dz} = \frac{1}{2}rc\end{aligned}$$

$$\epsilon_{r\theta} = 0$$

$$\epsilon_{rz} = 0$$

DILATATION CONTRAINTE: ESTIMATION DES CONSTANTES ÉLASTIQUES HOMOGÉNÉES

Les trois cylindres concentriques sont bloqués aux deux extrémités en $z = 0$ et $z = L$.

- Premier cas de chargement

On bloque les déplacements suivant z pour tous les points appartenant aux plans $z=0$ et $z=L$, et deux points appartenant au plan $z=0$ sont bloqués suivant x et y .

Le déplacement suivant z s'écrit :

$$w(z) = az + b$$

On a alors :

$$\begin{aligned} w(0) = 0 \quad \text{donc} \quad b &= 0 \\ w(L) = 0 \quad \text{donc} \quad a &= 0 \end{aligned}$$

Il ne reste donc que 7 inconnues ($c, C_1, C_2, C_3, D_1, D_2, D_3$) à déterminer. De plus, comme on bloque la dilatation en $z=L$, la force résultante n'est plus nulle et donc l'équation (14) n'est plus valable. On a alors la matrice R (7*7) suivante :

$$\begin{pmatrix} R_{12} & R_{13} & R_{14} & R_{15} & R_{16} & R_{17} & R_{18} \\ R_{22} & R_{23} & R_{24} & R_{25} & R_{26} & R_{27} & R_{28} \\ R_{32} & R_{33} & R_{34} & R_{35} & R_{36} & R_{37} & R_{38} \\ R_{42} & R_{43} & R_{44} & R_{45} & R_{46} & R_{47} & R_{48} \\ R_{52} & R_{53} & R_{54} & R_{55} & R_{56} & R_{57} & R_{58} \\ R_{62} & R_{63} & R_{64} & R_{65} & R_{66} & R_{67} & R_{68} \\ R_{82} & R_{83} & R_{84} & R_{85} & R_{86} & R_{87} & R_{88} \end{pmatrix}$$

La contrainte macroscopique suivant z s'écrit :

$$\sigma_{macrozz} = \frac{2\pi}{S} \int_{r_1}^{r_4} \sigma_{zz} r dr$$

Sachant que $a = 0$, on a comme équation pour σ_{zz} !

$$\begin{aligned} \sigma_{zz} = & (\mu C_{13} + C_{23})Cr^{\mu-1} + (-\mu C_{13} + C_{23})Dr^{-\mu-1} + ((2C_{13} + C_{23})G + C_{34})cr \\ & ((C_{13} + C_{23})F\bar{\beta} - (C_{13}\beta_{rr} + C_{23}\beta_{\theta\theta} + C_{33}\beta_{zz} + 2C_{34}\beta_{\theta z}))\Delta H \end{aligned}$$

Donc, la contrainte macroscopique suivant l'axe z s'écrit :

$$\sigma_{macrozz} = \frac{2}{r_4^2 - r_1^2} \left[(\mu_1 C_{13}^1 + C_{23}^1) C^1 \frac{r_2^{\mu_1+1} - r_1^{\mu_1+1}}{\mu_1 + 1} + (-\mu_1 C_{13}^1 + C_{23}^1) D^1 \frac{r_2^{-\mu_1+1} - r_1^{-\mu_1+1}}{-\mu_1 + 1} \right. \\ + (\mu_2 C_{13}^2 + C_{23}^2) C^2 \frac{r_3^{\mu_2+1} - r_2^{\mu_2+1}}{\mu_2 + 1} + (-\mu_2 C_{13}^2 + C_{23}^2) D^2 \frac{r_3^{-\mu_2+1} - r_2^{-\mu_2+1}}{-\mu_2 + 1} \\ + (\mu_3 C_{13}^3 + C_{23}^3) C^3 \frac{r_4^{\mu_3+1} - r_3^{\mu_3+1}}{\mu_3 + 1} + (-\mu_3 C_{13}^3 + C_{23}^3) D^3 \frac{r_4^{-\mu_3+1} - r_3^{-\mu_3+1}}{-\mu_3 + 1} \\ + \left(((2C_{13}^1 + C_{23}^1)G^1 + C_{34}^1) \frac{r_2^3 - r_1^3}{3} + ((2C_{13}^2 + C_{23}^2)G^2 + C_{34}^2) \frac{r_3^3 - r_2^3}{3} \right. \\ \left. + ((2C_{13}^3 + C_{23}^3)G^3 + C_{34}^3) \frac{r_4^3 - r_3^3}{3} \right) c \\ + \left(((C_{13}^1 + C_{23}^1)F^1 \bar{\beta}_1 - (C_{13}^1 \beta_{rr}^1 + C_{23}^1 \beta_{\theta\theta}^1 + C_{33}^1 \beta_{zz}^1 + 2C_{34}^1 \beta_{\theta z}^1)) \frac{r_2^2 - r_1^2}{2} \right. \\ + ((C_{13}^2 + C_{23}^2)F^2 \bar{\beta}_2 - (C_{13}^2 \beta_{rr}^2 + C_{23}^2 \beta_{\theta\theta}^2 + C_{33}^2 \beta_{zz}^2 + 2C_{34}^2 \beta_{\theta z}^2)) \frac{r_3^2 - r_2^2}{2} \\ \left. + ((C_{13}^3 + C_{23}^3)F^3 \bar{\beta}_3 - (C_{13}^3 \beta_{rr}^3 + C_{23}^3 \beta_{\theta\theta}^3 + C_{33}^3 \beta_{zz}^3 + 2C_{34}^3 \beta_{\theta z}^3)) \frac{r_4^2 - r_3^2}{2} \right) \Delta H \Big]$$

Le comportement de la fibre est considéré comme monoclinique. On a donc la loi de comportement suivant :

$$\begin{Bmatrix} \epsilon_{macro_{rr}} \\ \epsilon_{macro_{\theta\theta}} \\ \epsilon_{macro_{zz}} \\ \epsilon_{macro_{\theta z}} \\ \epsilon_{macro_{rz}} \\ \epsilon_{macro_{r\theta}} \end{Bmatrix} = \begin{bmatrix} \bar{S}_{11} & \bar{S}_{12} & \bar{S}_{13} & \bar{S}_{14} & 0 & 0 \\ \bar{S}_{12} & \bar{S}_{22} & \bar{S}_{23} & \bar{S}_{24} & 0 & 0 \\ \bar{S}_{13} & \bar{S}_{23} & \bar{S}_{33} & \bar{S}_{34} & 0 & 0 \\ \bar{S}_{14} & \bar{S}_{24} & \bar{S}_{34} & \bar{S}_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \bar{S}_{55} & \bar{S}_{56} \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \bar{S}_{56} & \bar{S}_{66} \end{bmatrix} \begin{Bmatrix} 0 \\ 0 \\ \sigma_{macro_{zz}} \\ 0 \\ 0 \\ 0 \end{Bmatrix}$$

Il faut donc déterminer 13 inconnues pour la matrice de souplesse. Avec cette loi de comportement on obtient 4 équations.

$$\begin{cases} \epsilon_{macro_{rr}} = \bar{S}_{13} \sigma_{macro_{zz}} \\ \epsilon_{macro_{\theta\theta}} = \bar{S}_{23} \sigma_{macro_{zz}} \\ \epsilon_{macro_{zz}} = \bar{S}_{33} \sigma_{macro_{zz}} \\ 2\epsilon_{macro_{r\theta}} = \bar{S}_{34} \sigma_{macro_{zz}} \end{cases}$$

Les déformations macroscopiques sont issus du calcul hygroscopique avec comme cas de chargement tous les noeuds appartenant au plan z=0 bloqués suivant x et y et deux noeuds de ce plan sont bloqués en z pour empêcher la torsion. La déformation $\epsilon_{macro_{zz}}$ correspond à l'inverse de la déformation hygroscopique $\epsilon_{macro_{zz}}^h$, car elle exprime la déformation qu'il faut appliquer pour que, suite à la dilatation libre, la fibre retrouve sa longueur initiale.

- Deuxième cas de chargement

On bloque tous les nœuds appartenant au plan $z=0$ suivant x et y , 2 de ces nœuds est bloqué suivant z pour empêcher la torsion sur le plan $z=0$. De plus, deux nœuds appartenant au plan $z=L$ ont leur déplacement bloqué en x et y empêchant ainsi la torsion mais pas la dilatation libre de la fibre.

Le déplacement suivant θ s'écrit :

$$v(r,z) = r(cz + d)$$

On a alors :

$$\begin{aligned} v(r,0) = 0 & \text{ donc } d = 0 \\ w(r,L) = 0 & \text{ donc } c = 0 \end{aligned}$$

Il ne reste donc que 7 inconnues ($a, C_1, C_2, C_3, D_1, D_2, D_3$) à déterminer. De plus, comme on bloque la torsion en $z=L$, le moment résultant n'est plus nul et donc l'équation (15) n'est plus valable. On a alors la matrice R (7*7) suivante :

$$\begin{pmatrix} R_{11} & R_{13} & R_{14} & R_{15} & R_{16} & R_{17} & R_{18} \\ R_{21} & R_{23} & R_{24} & R_{25} & R_{26} & R_{27} & R_{28} \\ R_{31} & R_{33} & R_{34} & R_{35} & R_{36} & R_{37} & R_{38} \\ R_{41} & R_{43} & R_{44} & R_{45} & R_{46} & R_{47} & R_{48} \\ R_{51} & R_{53} & R_{54} & R_{55} & R_{56} & R_{57} & R_{58} \\ R_{61} & R_{63} & R_{64} & R_{65} & R_{66} & R_{67} & R_{68} \\ R_{71} & R_{73} & R_{74} & R_{75} & R_{76} & R_{77} & R_{78} \end{pmatrix}$$

La contrainte macroscopique suivant z s'écrit :

$$M = \int_{r_1}^{r_4} \sigma_{\theta z} 2\pi r^2 dr$$

Sachant que $c = 0$, on a comme équation pour $\sigma_{\theta z}$!

$$\begin{aligned} \sigma_{\theta z} = & (\mu C_{14} + C_{24})Cr^{\mu+1} + (-\mu C_{14} + C_{24})Dr^{-\mu+1} + ((C_{14} + C_{24})E + C_{34})a \\ & ((C_{14} + C_{24})F\bar{\beta} - (C_{14}\beta_{rr} + C_{24}\beta_{\theta\theta} + C_{34}\beta_{zz} + 2C_{44}\beta_{\theta z}))\Delta H \end{aligned}$$

Donc, le moment résultant s'écrit :

$$\begin{aligned}
M = & 2\pi \left[(\mu_1 C_{14}^1 + C_{24}^1) C^1 \frac{r_2^{\mu_1+2} - r_1^{\mu_1+2}}{\mu_1 + 2} + (-\mu_1 C_{14}^1 + C_{24}^1) D^1 \frac{r_2^{-\mu_1+2} - r_1^{-\mu_1+2}}{-\mu_1 + 2} \right. \\
& + (\mu_2 C_{14}^2 + C_{24}^2) C^2 \frac{r_3^{\mu_2+2} - r_2^{\mu_2+2}}{\mu_2 + 2} + (-\mu_2 C_{14}^2 + C_{24}^2) D^2 \frac{r_3^{-\mu_2+2} - r_2^{-\mu_2+2}}{-\mu_2 + 2} \\
& + (\mu_3 C_{14}^3 + C_{24}^3) C^3 \frac{r_4^{\mu_3+2} - r_3^{\mu_3+2}}{\mu_3 + 2} + (-\mu_3 C_{14}^3 + C_{24}^3) D^3 \frac{r_4^{-\mu_3+2} - r_3^{-\mu_3+2}}{-\mu_3 + 2} \\
& + \left(((C_{14}^1 + C_{24}^1) E^1 + 6C_{34}^1) \frac{r_2^3 - r_1^3}{3} + ((C_{14}^2 + C_{24}^2) E^2 + C_{34}^2) \frac{r_3^3 - r_2^3}{3} \right. \\
& + ((C_{14}^3 + C_{24}^3) E^3 + C_{34}^3) \frac{r_4^3 - r_3^3}{3} \Big) a \\
& + \left(((C_{14}^1 + C_{24}^1) F^1 \bar{\beta}_1 - (C_{14}^1 \beta_{rr}^1 + C_{24}^1 \beta_{\theta\theta}^1 + C_{34}^1 \beta_{zz}^1 + 2C_{44}^1 \beta_{\theta z}^1)) \frac{r_2^3 - r_1^3}{3} \right. \\
& + ((C_{14}^2 + C_{24}^2) F^2 \bar{\beta}_2 - (C_{14}^2 \beta_{rr}^2 + C_{24}^2 \beta_{\theta\theta}^2 + C_{34}^2 \beta_{zz}^2 + 2C_{44}^2 \beta_{\theta z}^2)) \frac{r_3^3 - r_2^3}{3} \\
& \left. + ((C_{14}^3 + C_{24}^3) F^3 \bar{\beta}_3 - (C_{14}^3 \beta_{rr}^3 + C_{24}^3 \beta_{\theta\theta}^3 + C_{34}^3 \beta_{zz}^3 + 2C_{44}^3 \beta_{\theta z}^3)) \frac{r_4^3 - r_3^3}{3} \right) \Delta H \Big]
\end{aligned}$$

La contrainte de cisaillement microscopique s'écrit :

$$\tau(r) = \frac{M}{I_{Gz}} * r$$

$$\text{Avec } I = \frac{\pi R^4}{4}$$

La contrainte macroscopique de cisaillement s'écrit :

$$\begin{aligned}
\Sigma_{\text{cisaillement}} &= \int_S \tau(r) dS = \int_r \tau(r) r dr 2\pi \\
&= \int_r \frac{4M}{\pi(r_4^4 - r_1^4)} r^2 2\pi dr \\
&= \frac{3}{8} \frac{r_4^3 - r_1^3}{r_4^4 - r_1^4} M
\end{aligned}$$

$$\begin{pmatrix} \epsilon_{macro_{rr}} \\ \epsilon_{macro_{\theta\theta}} \\ \epsilon_{macro_{zz}} \\ \epsilon_{macro_{\theta z}} \\ \epsilon_{macro_{rz}} \\ \epsilon_{macro_{r\theta}} \end{pmatrix} = \begin{bmatrix} \bar{S}_{11} & \bar{S}_{12} & \bar{S}_{13} & \bar{S}_{14} & 0 & 0 \\ \bar{S}_{12} & \bar{S}_{22} & \bar{S}_{23} & \bar{S}_{24} & 0 & 0 \\ \bar{S}_{13} & \bar{S}_{23} & \bar{S}_{33} & \bar{S}_{34} & 0 & 0 \\ \bar{S}_{14} & \bar{S}_{24} & \bar{S}_{34} & \bar{S}_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \bar{S}_{55} & \bar{S}_{56} \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \bar{S}_{56} & \bar{S}_{66} \end{bmatrix} \begin{pmatrix} 0 \\ 0 \\ 0 \\ \sigma_{macro_{\theta z}} \\ 0 \\ 0 \end{pmatrix}$$

Il faut donc déterminer 13 inconnues pour la matrice de souplesse. Avec cette loi de

comportement on obtient 4 équations.

$$\left\{ \begin{array}{l} \epsilon_{macro_{rr}} = \bar{S}_{14} \sigma_{macro_{\theta z}} \\ \epsilon_{macro_{\theta\theta}} = \bar{S}_{24} \sigma_{macro_{\theta z}} \\ \epsilon_{macro_{zz}} = \bar{S}_{34} \sigma_{macro_{\theta z}} \\ 2\epsilon_{macro_{r\theta}} = \bar{S}_{44} \sigma_{macro_{\theta z}} \end{array} \right.$$